

**Isomerisasi eugenol menggunakan mg/al-hidrotalsit
dengan radiasi gelombang mikro**



Disusun Oleh:

Ida Saptiwi Setyarini

M 0304009

SKRIPSI

**Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian
persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains Kimia**

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SEBELAS MARET

SURAKARTA

2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini dibimbing oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II

I.F. Nurcahyo, M.Si.
NIP. 19780617 20050 1001

Soerya Dewi M., M.Si.
NIP. 19690313 199702 2001

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada:

Hari : Senin

Tanggal : 1 Februari 2010

Anggota Tim Penguji:

- | | |
|---|---------|
| 1. Dr. rer.nat. Atmanto Heru W., M.Si.
NIP. 19740813 200003 1001 | 1. |
| 2. Nestri Handayani, M.Si., Apt.
NIP. 19701211 200501 2001 | 2. |

Disahkan oleh

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sebelas Maret Surakarta

Ketua Jurusan Kimia,

Prof. Drs. Sentot Budi Rahardjo, PhD
NIP. 19560507 198601 1001

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “ISOMERISASI EUGENOL MENGGUNAKAN Mg/Al-HIDROTALSIT DENGAN RADIASI GELOMBANG MIKRO” adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Januari 2010

IDA SAPTIWI SETYARINI

ABSTRAK

Ida Saptiwi Setyarini. 2010. ISOMERISASI EUGENOL MENGGUNAKAN Mg/Al-HIDROTALSIT DENGAN RADIASI GELOMBANG MIKRO. Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas MIPA. Universitas Sebelas Maret

Isomerisasi eugenol menggunakan katalis Mg/Al-hidrotalsit dengan radiasi gelombang mikro telah dilakukan. Mg/Al-hidrotalsit dengan anion antar permukaan karbonat telah disintesis dengan metode pengendapan dan dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD). Isomerisasi eugenol dilakukan dalam variasi pelarut (etanol, isopropanol, *n*-butanol, *n*-pentanol dan DMF) dan tanpa pelarut untuk mengetahui pengaruhnya dalam reaksi. Penelitian dilakukan pada daya gelombang mikro 500 Watt. Waktu reaksi divariasi selama 10, 30 dan 50 menit. Produk isomerisasi dianalisa dengan kromatografi gas.

Dalam penelitian ini, isomerisasi eugenol lebih efektif pada kondisi tanpa pelarut dibandingkan dengan pelarut. Produk meningkat dengan meningkatnya waktu reaksi. Hasil terbesar dicapai pada waktu reaksi 50 menit dengan *cis*-isoeugenol sebesar 3,60 % dan *trans*-isoeugenol sebesar 15,33 %.

Kata kunci: isomerisasi, eugenol, gelombang mikro, hidrotalsit

ABSTRACT

Ida Saptiwi Setyarini. 2010. ISOMERIZATION OF EUGENOL USING Mg/Al-HYDROTALCITE UNDER MICROWAVE IRRADIATION. Thesis. Department of Chemistry. Mathematic and Science Faculty. Sebelas Maret University

Isomerization of eugenol using Mg/Al-hydrotalcite as catalyst under microwave irradiation has been done. Mg/Al-hydrotalcite with carbonate as interlayer anion were synthesized by a co-precipitation method and characterized by X-Ray Diffractometer (XRD). Isomerization of eugenol were done in various solvents (ethanol, isopropanol, *n*-butanol, *n*-pentanol and DMF) and solvent-less conditions to know their effects in this reactions. Experiments were carried out at 500 Watt of microwave power. The reaction times were variated for 10, 30 and 50 minutes. Products of isomerization were analyzed by gas chromatography.

In this research, isomerization of eugenol is more effective in solvent-less condition than any solvents. The products increased with an increase in reaction time. The highest yield was observed at reaction time of 50 minutes with 3,60 % *cis*-isoeugenol and 15,33 % *trans*-isoeugenol.

Keyword: *isomerization, eugenol, microwave, hydrotalcite*

MOTTO

- ✓ “Sesungguhnya hanya kepada Allah aku mengadukan kesusahan dan kesedihanku.”

(Q.S. Yusuf: 86)

- ✓ “Sukses tidak diukur dari posisi yang dicapai seseorang dalam hidup, tapi dari kesulitan-kesulitan yang berhasil diatasi ketika berusaha meraih sukses.”

~ BOOKER T WASHINGTON ~

- ✓ “Dan orang-orang yang soleh (berada) di dalam taman-taman jannah, mereka memperoleh apa yang mereka kehendaki di sisi Rabb mereka. Yang demikian itu adalah karunia yang besar.”

(Q.S. Asy Syuura: 22)

PERSEMBAHAN

Karya ini kupersembahkan kepada:

- ❖ *Ibunda dan Alm. Ayahanda tercinta*
- ❖ *Kakak-kakakku tersayang*
- ❖ *Teman-teman seperjuangan: Eni, Lia, Anis, Dennies, Ade, Dyah, Wiwit, Mb Naning, As Yun, Maya, Anggun, Al Qosh, Mb Fafa, Mz Lanjar, Mz Hasan, Lala, Agus dan teman-teman angkatan 2004 semua.*
- ❖ *Risqi, Nisa, Zahra, Aldo, Tiara, Didit yang selalu membuatku ceria*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah Subhanahu Wa Ta'ala atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Isomerisasi Eugenol Menggunakan Mg/Al-Hidrotalsit dengan Radiasi Gelombang Mikro”. Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Drs. Sutarno, M.Sc., Ph.D. selaku Dekan FMIPA UNS
2. Bapak Prof. Drs. Sentot Budi Raharjo, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNS
3. Bapak I.F. Nurcahyo, M.Si. selaku Pembimbing I sekaligus ketua Lab Dasar Kimia FMIPA UNS
4. Ibu Soerya Dewi M., M.Si. selaku Pembimbing II
5. Bapak Dr. rer. Nat. A. Heru Wibowo, M.Si. selaku Ketua Sub-Lab Kimia Pusat UNS sekaligus sebagai Penguji I
6. Ibu Nestri Handayani, M.Si., Apt. selaku Pembimbing Akademis sekaligus sebagai Penguji II
7. Bapak-Ibu dosen Jurusan kimia FMIPA UNS
8. Ibunda dan keluarga yang selalu mendo'akan dan memberi semangat
9. Teman-teman Kimia FMIPA UNS angkatan 2004
10. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu-persatu.

Semoga Allah SWT membalas jerih payah dan pengorbanan yang telah diberikan dengan balasan yang lebih baik. Amin

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran untuk menyempurnakannya. Namun demikian, penulis berharap semoga karya ini bermanfaat bagi pembaca.

Surakarta, Januari 2010

Ida Saptiwi Setyarini

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN ABSTRAK.....	iv
HALAMAN ABSTRACT.....	v
HALAMAN MOTTO.....	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah	3
1. Identifikasi Masalah.....	3
2. Batasan Masalah	3
3. Rumusan Masalah	4
C. Tujuan Penelitian	4
D. Manfaat Penelitian	4
BAB II LANDASAN TEORI	
A. Tinjauan Pustaka	5
1. Hidrotalsit.....	5
2. Sintesis Hidrotalsit	7
3. Isomerisasi Eugenol	8
4. Gelombang Mikro	10
5. <i>X-Ray Diffractometer</i> XRD)	12
6. Kromatografi Gas	14
B. Kerangka Pemikiran.....	16

C. Hipotesis.....	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
A. Metode Penelitian	17
B. Tempat dan Waktu Penelitian	17
C. Alat dan Bahan	17
1. Alat - alat.....	17
2. Bahan - bahan.....	18
D. Prosedur Penelitian	18
1. Pembuatan Larutan	18
2. Sintesis Katalis Mg/Al-Hidrotalsit.....	19
3. Karakterisasi Mg/Al-Hidrotalsit	19
4. Isomerisasi Eugenol Dengan Radiasi Gelombang Mikro.....	20
5. Identifikasi Hasil Isomerisasi	20
E. Teknik Pengumpulan dan Analisa Data.....	20
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Sintesis Mg/Al-Hidrotalsit.	22
B. Karakterisasi Mg/Al-Hidrotalsit.....	23
1. Karakterisasi Fisik hasil Sintesis	23
2. Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis	23
3. Penentuan Kandungan Mg/Al-Hidrotalsit.....	25
C. Isomerisasi Eugenol	25
1. Isomerisasi Eugenol Tanpa Pelarut.....	26
2. Isomerisasi Eugenol dengan Variasi Pelarut.....	29
3. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Isomerisasi Eugenol.....	33
BAB V. PENUTUP	
A. Kesimpulan	38
B. Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	39

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Harga d Tiga Puncak Tertinggi Hasil Sintesis	22
Tabel 2. Persentase Kandungan Relatif Mg/Al-Hidrotalsit dalam Sampel	23
Tabel 3. Harga Konstanta Dielektrik dan Titik Didih Pelarut.....	29
Tabel 4. Konversi Produk Isomerisasi Menggunakan Variasi Pelarut pada Daya 500 Watt Selama 10 Menit.....	30
Tabel 5. Konversi Produk Isomerisasi Menggunakan Pelarut dan Tanpa Pelarut pada Daya 500 Watt Selama 10 Menit	32

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur Brucite (a) dan Hidrotalsit (b)	5
Gambar 2.	Struktur Hidrotalsit dengan Anion Antarlapisan	6
Gambar 3.	Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol	9
Gambar 4.	Gambar Skema (a) Pemanasan dengan Gelombang Mikro (b) Pemanasan Secara konvensional	11
Gambar 5.	Skema Pemantulan Sinar X oleh Bidang Kristal	13
Gambar 6.	Difraktogram XRD Mg/Al-Hidrotalsit(a) Rasio 2, (b) Rasio 3 (c) Rasio 4	14
Gambar 7.	Bagan Sistem Kromatografi Gas	15
Gambar 8.	Senyawa Hasil Sintesis	23
Gambar 9.	Difraktogram Senyawa Hasil Sintesis.....	24
Gambar 10.	Rangkaian Alat Isomerisasi	26
Gambar 11.	Kromatogram Reaksi Isomerisasi Eugenol Tanpa Pelarut pada Daya 500 Watt Selama 10 Menit.....	26
Gambar 12.	Kromatogram Eugenol Standar (a) dan Isoeugenol Standar (b) ..	27
Gambar 13.	Struktur Eugenol, <i>Cis</i> -isoeugenol dan <i>Trans</i> -isoeugenol	28
Gambar 14.	Kompetisi Pelarut Alkohol dan Eugenol dalam Berkoordinasi dengan Situs Aktif Katalis	31
Gambar 15.	Kromatogram Reaksi Isomerisasi Eugenol, (a) dengan Pelarut DMF, (b) Tanpa Pelarut.....	32
Gambar 16.	Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol Terhadap Variasi Waktu, (a) Isomerisasi Selama 10 Menit, (b) Isomerisasi Selama 30 Menit, (c) Isomerisasi Selama 50 Menit, dan (d) Kromatogram Hasil <i>Spiking</i>	34
Gambar 17.	Konversi Isomerisasi Eugenol dengan Gelombang Mikro Terhadap Variasi Waktu pada Daya 500 Wattt.....	35
Gambar 18.	Interkonversi Bentuk <i>Cis</i> Menjadi <i>Trans</i> (Hart <i>et al</i> , 2003).....	37

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Diagram Alur Sintesis Mg/Al-Hidrotalsit.....	42
Lampiran 2.	Diagram Alur Isomerisasi Eugenol.....	43
Lampiran 3.	Perhitungan Stoikiometri dalam Sintesis Mg/Al-Hidrotalsit	44
Lampiran 4.	Difraktogram XRD dari Mg/Al-Hidrotalsit	45
Lampiran 5.	Data Standar JCPDS Mg/Al-Hidrotalsit	47
Lampiran 6.	Perbandingan Harga d Sampel Dengan JCPDS	49
Lampiran 7.	Perhitungan Persentase Kandungan Relatif Mg/Al-Hidrotalsit Dalam Sampel	50
Lampiran 8.	Kromatogram Hasil Analisa GC Eugenol Standar.....	51
Lampiran 9.	Kromatogram Hasil Analisa GC Isoeugenol Standar	52
Lampiran 10.	Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Mg/Al-Hidrotalsit Tanpa Pelarut.....	53
Lampiran 11.	Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut Etanol.....	54
Lampiran 12.	Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut Isopropanol	55
Lampiran 13.	Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut <i>n</i> -Butanol...	56
Lampiran 14.	Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut <i>n</i> -Pentanol..	57
Lampiran 15.	Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut DMF.....	58
Lampiran 16.	Kromatogram Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 10 Menit.....	59
Lampiran 17.	Kromatogram Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 30 Menit.....	60
Lampiran 18.	Kromatogram Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 50 Menit.....	61
Lampiran 19.	Kromatogram <i>Spiking</i> Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 50 Menit	62
Lampiran 20.	Kromatogram <i>Spiking</i> Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut DMF	63
Lampiran 21.	Kondisi Instrumentasi Kromatografi Gas Hewlett Packard 5890 Series II.....	64

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Minyak cengkeh yang komponen utamanya adalah eugenol (sekitar 80%) merupakan salah satu komoditas ekspor Indonesia. Komoditas ekspor minyak cengkeh di Indonesia masih berupa bahan mentah dan sebagian kecil berupa senyawa eugenol (Busroni, 2000). Di lain pihak, harga minyak cengkeh di pasar dunia relatif rendah sehingga nilai tambah yang diperoleh dari proses penyulingan minyak cengkeh relatif rendah pula. Salah satu cara meningkatkan nilai tambah tersebut adalah dengan mengisolasi eugenol dan mengolahnya menjadi senyawa turunannya, yang kegunaannya lebih luas sehingga nilai jualnya menjadi lebih tinggi.

Isoeugenol [2-metoksi-4-(1-propenil)fenol] merupakan salah satu senyawa turunan dari eugenol [2-metoksi-4-(2-propenil)fenol] yang diperoleh melalui proses isomerisasi: perpindahan ikatan rangkap pada gugus alkenil pindah ke posisi yang terkonjugasi dengan ikatan rangkap pada cincin benzena (Sharma *et al*, 2006). Isoeugenol berupa cairan tidak berwarna yang akan berubah berwarna kekuningan bila terkena udara, dan beraroma floral dengan rasa seperti cengkeh. Oleh karena sifatnya yang tahan (awet), baunya yang enak dan kuat, maka isoeugenol banyak digunakan sebagai pewangi pada kosmetika dan sabun (Sastrohamidjojo, 2004).

Proses isomerisasi eugenol dapat berlangsung baik dengan bantuan katalis dan panas (Hidayat dan Mulyono, 2006). Katalis yang biasa digunakan ialah basa kuat, seperti KOH (Baby, 1997) dan NaOH (Sumangat *et al*, 2005) atau logam transisi (Sharma *et al*, 2005). Untuk mendapatkan tingkat konversi yang tinggi, isomerisasi eugenol dengan pemanasan konvensional umumnya dilakukan pada suhu tinggi.

Sumangat *et al* (2005) mengubah eugenol dari minyak daun cengkeh menjadi isoeugenol dengan katalis NaOH pada suhu 170 °C menghasilkan isoeugenol dengan konversi 52,36%. Penelitian yang dilakukan oleh Baby (1997)

menggunakan katalis KOH yang dilarutkan dalam etanol secara konvensional pada suhu 150 °C selama 5 jam menghasilkan isoeugenol dengan konversi 95%.

Penggunaan katalis homogen seperti KOH dan NaOH serta katalis dari logam transisi dalam isomerisasi eugenol, selain menghasilkan isoeugenol dalam jumlah yang besar, juga mempunyai beberapa kekurangan. Dengan katalis homogen harus dilakukan pemisahan lebih lanjut untuk mendapatkan produk yang murni sehingga kurang efisien. Sedangkan logam transisi, selain harganya mahal juga menyebabkan pencemaran lingkungan karena logam tidak dapat terdegradasi di alam melainkan akan terakumulasi. Hal tersebut sangat membahayakan makhluk hidup, khususnya manusia.

Hidrotalsit merupakan lempung anionik yang terdiri dari lapisan bermuatan positif dengan anion dan molekul air dalam daerah antar permukaan. (Rajamanthi *et al*, 2001). Senyawa hidrotalsit merupakan katalis basa heterogen yang dapat digunakan dalam reaksi yang berkataliskan basa seperti, kondensasi aldol, isomerisasi ikatan rangkap pada alkena, dan dehidrogenasi 2-propanol (Kishore dan Kannan, 2004). Hidrotalsit sebagai katalis mempunyai beberapa keuntungan diantaranya proses penanganannya mudah, mudah dipisahkan dengan produk, ramah lingkungan dan menghasilkan produk yang bagus (Kishore dan Kannan, 2002).

Penelitian menggunakan hidrotalsit dalam isomerisasi eugenol belum banyak dilakukan. Kishore dan Kannan (2002) melakukan isomerisasi eugenol menggunakan Mg/Al-hidrotalsit (4:1) dalam DMF pada suhu 200°C selama 6 jam menghasilkan isoeugenol dengan konversi 73 %. Di lain pihak, lamanya pemanasan pada suhu yang tinggi selain menyebabkan berbagai pemborosan juga dapat menyebabkan pemanasan berlebih yang berakibat terurainya bahan dan produk, misalnya terbentuknya polimer yang akan mengurangi rendemen (Hidayat dan Mulyono, 2006).

Baby (1997) melakukan isomerisasi eugenol menggunakan katalis KOH dalam pelarut alkohol dan gliserol dengan pemanasan konvensional dan pemanasan gelombang mikro. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa waktu yang diperlukan untuk reaksi dengan pemanasan gelombang mikro lebih

cepat dibandingkan dengan pemanasan secara konvensional. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan isomerisasi eugenol menggunakan katalis Mg/Al-hidrotalsit dengan metode radiasi gelombang mikro.

B. Perumusan Masalah

1. Identifikasi Masalah

Proses isomerisasi eugenol dapat berlangsung baik dengan bantuan katalis dan panas. Katalis yang biasa digunakan ialah katalis basa, baik katalis basa homogen seperti KOH dan NaOH, maupun katalis basa heterogen seperti hidrotalsit. Isomerisasi eugenol pada umumnya menggunakan pelarut polar (alkohol, DMF dan DMSO) yang dilakukan secara konvensional. Dalam penelitian ini akan dipelajari pengaruh pelarut dan tanpa pelarut terhadap reaksi isomerisasi eugenol.

Reaksi isomerisasi eugenol secara konvensional dilakukan pada suhu tinggi (150-190 °C) dan memerlukan waktu yang relatif lama (5-7 jam) untuk menghasilkan produk optimum. Kondisi ini kurang efisien karena terjadi pemborosan energi dan waktu.

Teknologi gelombang mikro untuk reaksi kimia menawarkan suatu reaksi dengan waktu yang singkat (orde menit). Pemberian perlakuan gelombang mikro pada penelitian ini diharapkan dapat mempercepat proses isomerisasi.

Karakterisasi katalis heterogen dapat dilakukan antara lain dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Thermal Gravimetry Analysis* (TGA) dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Hasil isomerisasi eugenol dapat diidentifikasi, antara lain dengan kromatografi gas dan kromatografi gas-spektroskopi massa

2. Batasan Masalah

1. Katalis yang digunakan dalam isomerisasi eugenol adalah Mg/Al-hidrotalsit yang disintesis dengan perbandingan mol Mg/Al sebesar 4:1 menggunakan metode pengendapan.

2. Proses isomerisasi eugenol dilakukan menggunakan gelombang mikro pada daya 500 Watt dengan pelarut (etanol, isopropanol, *n*-butanol, *n*-pentanol dan DMF) dan tanpa pelarut.
3. Proses isomerisasi eugenol menggunakan gelombang mikro dilakukan dengan variasi waktu reaksi selama 10 menit, 30 menit dan 50 menit.
4. Perbandingan substrat- katalis adalah 4:1.
5. Karakterisasi katalis dilakukan dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD).
6. Hasil isomerisasi diidentifikasi dengan kromatografi gas.

3. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh penggunaan pelarut dan tanpa pelarut terhadap efektivitas reaksi isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro?
2. Bagaimana pengaruh waktu reaksi terhadap hasil isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro?

C. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh pelarut dan tanpa pelarut terhadap efektivitas reaksi isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro.
2. Mengetahui pengaruh waktu reaksi terhadap hasil isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro.

D. Manfaat Penelitian

1. Menambah informasi mengenai aplikasi Mg/Al-hidrotalsit sebagai katalis.
2. Menambah informasi tentang pengaruh pelarut dan tanpa pelarut serta waktu reaksi terhadap hasil isomerisasi eugenol.
3. Memberi alternatif penggunaan gelombang mikro dalam proses isomerisasi eugenol.

BAB II

LANDASAN TEORI

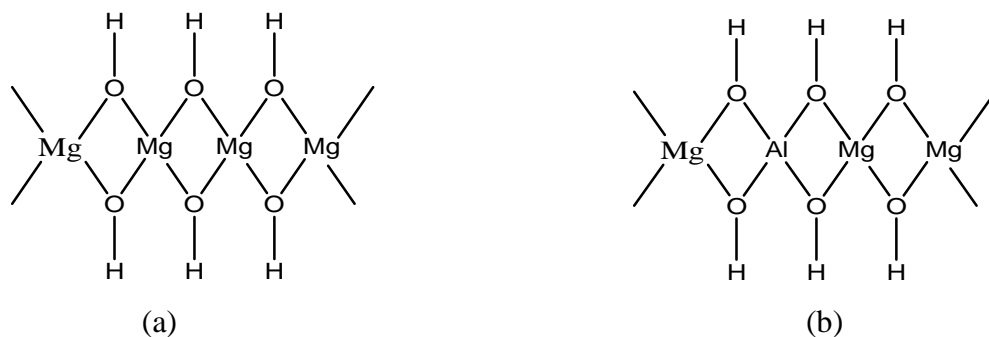
A. Tinjauan Pustaka

1. Hidrotalsit

a. Struktur Hidrotalsit

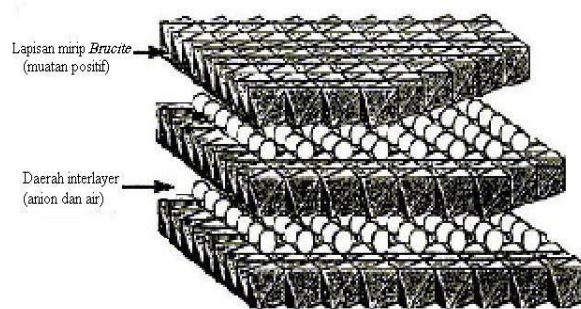
Hidrotalsit merupakan lempung anionik yang terdiri dari lapisan bermuatan positif dengan anion dan molekul air dalam daerah antar lapisan (Rajamanthi *et al*, 2001). Dalam bentuk naturalnya hidrotalsit merupakan suatu hidroksikarbonat dari magnesium dan aluminium dengan formula $[\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}]^{2+}\text{CO}_3^{2-}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Secara umum lempung anionik dapat dituliskan $[\text{M}(\text{II})_{1-x}\text{M}(\text{III})_x(\text{OH})_2](\text{A}_{x/n}^{n-})\cdot m\text{H}_2\text{O}$. M^{2+} adalah logam divalen seperti Mg^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} atau Cd^{2+} , M^{3+} adalah logam trivalen yaitu, Al^{3+} , Cr^{3+} , Ga^{3+} atau Fe^{3+} , A^{n-} adalah anion penyeimbang antar lapisan (CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , Cl^- atau NO_3^-), m adalah molekul air dan x adalah nilai yang berkisar antara 0,17 dan 0,33 (Yang *et al*, 2007).

Struktur kimia hidrotalsit didasarkan pada struktur senyawa *brucite*, $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Senyawa *brucite* adalah senyawa dengan susunan oktahedral yang setiap ion Mg^{2+} -nya dikelilingi oleh 6 ion hidroksida (Wright, 2002). Lembaran-lembaran dari situs oktahedral ditempati oleh ion-ion Mg^{2+} , seperti terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. (a) Struktur *Brucite*; (b) Struktur Hidrotalsit (Wright, 2002)

Struktur hidrotalsit atau *Layered Double Hydroxide* (LDH) terbentuk dengan menggantikan sepertiga bagian dari kation divalen pada lapisan hidroksida logam dengan kation trivalen. Penggantian kation ini menyebabkan kelebihan muatan positif pada lapisan hidroksida logam. Kelebihan muatan positif akan diseimbangkan oleh anion dan molekul H_2O yang terikat lemah pada sisi muatan positif yang berlebih pada daerah antar lapisan. Struktur anion antar lapisan pada hidrotalsit ditunjukkan pada Gambar 2 (Wright, 2002).



Gambar 2. Struktur Hidrotalsit dengan Anion Antar Lapisan

b. Sifat Hidrotalsit

Senyawa hidrotalsit sekarang ini telah banyak dikembangkan karena potensi yang dimilikinya baik dalam proses adsorpsi maupun pemisahan, sebagai penukar anion, katalis atau prekursor katalis dan penstabil polimer (Yang *et al*, 2007). Wright (2002) menyebutkan bahwa hidrotalsit memiliki sejumlah sifat yang membuatnya berpotensi seperti tersebut di atas, diantaranya adalah:

1. Memiliki luas permukaan yang tinggi.
2. Dapat disisipi dengan logam secara homogen.
3. Memiliki efek sinergis antar lapisan.
4. Memiliki *memory effect* (dapat diregenerasi).

Sebagai katalis, senyawa hidrotalsit banyak digunakan dalam berbagai reaksi yang berkataliskan basa seperti, kondensasi aldol, isomerisasi ikatan rangkap pada alkena, dan dehidrogenasi 2-propanol (Kishore dan Kannan, 2004).

2. Sintesis Hidrotalsit

Wright (2002) menyatakan ada beberapa metode yang digunakan untuk sintesis hidrotalsit, antara lain sintesis hidrotermal, elektrokimia, pertukaran anion dan sintesis langsung dengan kopresipitasi. Metode yang paling sering digunakan untuk sintesis HT adalah metode sintesis langsung dengan kopresipitasi.

a. Metode Kopresipitasi

Metode sintesis langsung dengan kopresipitasi sering disebut dengan metode pengendapan. Sintesis yang paling sering dilakukan adalah sintesis hidrotalsit dengan anion antar lapisan berupa CO_3^{2-} secara pengendapan larutan magnesium dan aluminium menghasilkan suatu Mg/Al-HT. Metode ini dipilih dan disukai karena tidak perlu mencegah adanya kontaminasi dari karbon dioksida sebab hanya karbonat saja yang siap bergabung dan terikat dengan kuat di dalam daerah antar lapisan (Newman dan Jones, 1998).

Pada metode kopresipitasi, semua kation mengendap secara simultan dalam rasio mol sesuai dengan rasio mol awalnya (Wright, 2002). Kondisi pH larutan selama berlangsungnya sintesis sangat penting untuk menghasilkan Mg/Al-HT yang optimum. Kishore dan Kannan (2004) melakukan sintesis Mg/Al-4HT pada pH 9 – 10. Ilgen *et al* (2007) melakukan sintesis Mg/Al-HT pada kondisi pH 10.

b. Perlakuan Hidrotermal

Wright (2002) menyebutkan bahwa adanya perlakuan hidrotermal menunjukkan peningkatan kristalinitas HT yang terbentuk. Proses ini dilakukan dengan memanaskan endapan HT pada suhu sedang selama beberapa jam dalam tempat pemeraman. HT yang diperam lama dalam air menghasilkan tingkat kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan HT yang diperam dalam larutan induk.

Waktu dan suhu dari perlakuan hidrotermal juga menentukan morfologi kristal. Wright (2002) menyebutkan bahwa pemanasan selama 18 jam pada suhu 65 °C dan 200 °C menghasilkan bentuk kristal dan luas

permukaan yang berbeda. Pemanasan pada 65 °C menghasilkan lembaran kristal yang bagus dengan luas permukaan 120 m²/g, sedangkan pemanasan 200 °C didapatkan kristal heksagonal dengan luas permukaan hanya 12 m²/g.

Penelitian yang dilakukan oleh Mohmel *et al* (2002) tentang pengaruh perlakuan hidrotermal pada kristalinitas LDH menunjukkan bahwa kristalinitas dan kemurnian material tergantung pada metode preparasi (tanpa pemeraman, dengan pemeraman 20 °C dan pemeraman dalam kondisi hidrotermal menggunakan pemanasan gelombang mikro). Perlakuan tersebut menunjukkan bahwa pemanasan dengan gelombang mikro merupakan metode yang paling sesuai untuk mendapatkan kristal yang bagus tanpa impuritis.

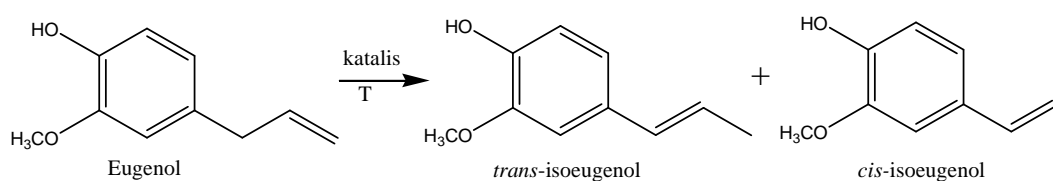
3. Isomerisasi Eugenol

Isomerisasi merupakan perubahan senyawa hidrokarbon atau senyawa organik lain yang mempunyai rumus molekul dan struktur tertentu menjadi senyawa dengan rumus molekul yang sama tetapi susunan atomnya berbeda. Isomer ialah 2 senyawa atau lebih yang mempunyai rumus molekul yang sama (Fessenden dan Fessenden, 1982). Isomer dibagi menjadi 2 golongan besar, yaitu isomer struktur yang terdiri dari isomer kerangka, isomer posisi dan isomer fungsional; dan isomer ruang, yang terdiri dari isomer geometri dan isomer optis. Isomer kerangka terjadi jika 2 senyawa atau lebih mempunyai rumus molekul yang sama tetapi berbeda kerangka karbonnya. Sementara itu pada isomer posisi, yang berbeda ialah posisi substituen, sedangkan pada isomer fungsional yang berbeda adalah jenis gugus fungsinya. Isomer ruang berkaitan dengan molekul-molekul yang ikatan antar atomnya sama, tetapi susunannya dalam ruang berbeda. Isomer geometri dibedakan menjadi isomer *cis* dan *trans*. Isomer *cis* dan *trans* hanya dapat berinterkonversi melalui pemutusan dan penyambungan kembali ikatan-ikatan (Hart *et al*, 2003).

Isoeugenol [2-metoksi-4-(1-propenil)fenol] merupakan isomer dari eugenol [2-metoksi-4-(2-propenil)fenol] dengan rumus molekul C₁₀H₁₂O₂.

Menurut Hardjono Sastrohamidjojo (2004) eugenol merupakan komponen utama penyusun minyak cengkeh (80% dari volume total minyak cengkeh adalah eugenol). Eugenol merupakan zat yang bersifat asam, pada suhu kamar berwujud cairan, tidak berwarna atau agak kekuningan, mudah terbakar dan berbau tajam. Eugenol memiliki titik didih 255 °C, titik leleh -9,2 sampai -9,1 °C dan berat jenis 1,066 g/mL (Windholz *et al*, 1968). Sedangkan isoeugenol, berupa cairan tidak berwarna yang akan berubah berwarna kekuningan bila terkena udara, dan beraroma floral dengan rasa seperti cengkeh. Oleh karena sifatnya yang tahan (awet), baunya yang enak dan kuat, maka isoeugenol banyak digunakan sebagai pewangi pada kosmetika dan sabun (Sastrohamidjojo, 2004). Isoeugenol berada dalam bentuk campuran *cis* dan *trans*. *Cis*-isoeugenol mempunyai titik didih 133 °C (pada tekanan 12 mmHg), sedangkan *trans*-isoeugenol mempunyai titik didih 140 °C pada tekanan yang sama (Windholz *et al*, 1968).

Pengubahan eugenol menjadi isoeugenol didasarkan pada reaksi isomerisasi, yaitu perpindahan ikatan rangkap pada gugus propenil pindah ke posisi yang terkonjugasi dengan ikatan rangkap pada cincin benzena (Sharma *et al*, 2006). Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol dapat berlangsung baik dengan bantuan katalis dan panas (Hidayat dan Mulyono, 2006). Reaksi isomerisasi eugenol menjadi isoeugenol ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Reaksi Isomerisasi Eugenol Menjadi Isoeugenol

Isomerisasi eugenol dengan pemanasan konvensional umumnya dilakukan pada suhu tinggi dan waktu yang lama untuk mendapatkan tingkat konversi yang tinggi. Sumangat *et al* (2005) mengubah eugenol dari minyak daun cengkeh menjadi isoeugenol dengan katalis NaOH pada suhu 170 °C menghasilkan isoeugenol dengan konversi 52,36%. Kishore dan Kannan (2002) melakukan

isomerisasi eugenol menggunakan Mg/Al-hidrotalsit (4:1) dalam DMF pada suhu 200°C selama 6 jam menghasilkan isoeugenol dengan konversi 73 %.

Baby (1997) melakukan isomerisasi eugenol menggunakan katalis KOH dalam pelarut alkohol dan gliserol dengan pemanasan konvensional dan pemanasan gelombang mikro. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa isomerisasi eugenol dengan pemanasan gelombang mikro lebih cepat 2,7 – 13,2 kali dan menghasilkan kemurnian isoeugenol yang lebih tinggi dibandingkan pemanasan konvensional.

4. Gelombang Mikro

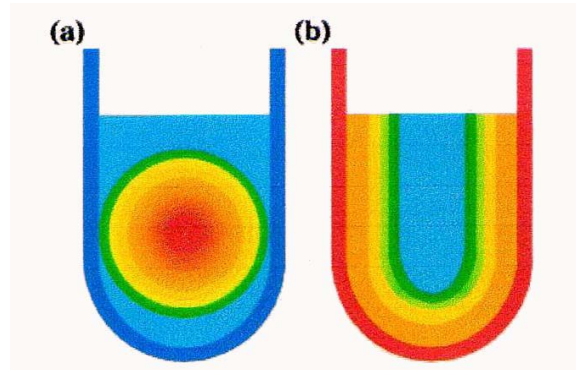
Gelombang mikro merupakan salah satu gelombang elektromagnetik yang mempunyai daerah radiasi di antara radiasi infra merah dan gelombang radio. Panjang gelombang dari gelombang mikro antara 1 mm – 1 m, dengan frekuensi 0,3 – 300 GHz (Lidström *et al*, 2001).

Pemanfaatan gelombang mikro digolongkan dalam dua kategori, yaitu dimanfaatkan untuk transmisi informasi atau sebatas energinya saja. Transmisi informasi gelombang mikro antara lain digunakan dalam komunikasi satelit, radar dan radioastronomi. Pemanfaatan energi gelombang mikro berupa pemanasan dengan menggunakan radiasi gelombang mikro (Adamski dan Kitliński, 2001). Microwave skala industri maupun rumah tangga dioperasikan pada frekuensi 2,45 ($\pm 0,05$) GHz (Lidström *et al*, 2001).

Sejalan dengan keberhasilan pengembangan instrumentasi secara komersial, pemanfaatan gelombang mikro dalam sintesis kimia juga semakin berkembang. Beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa pemanasan gelombang mikro dalam sintesis kimia organik membutuhkan waktu yang lebih singkat daripada pemanasan konvensional.

Pemanasan oleh radiasi gelombang mikro berbeda dengan pemanasan konvensional (Gambar 4). Perpindahan energi pada pemanasan konvensional melibatkan peristiwa konduksi dari sumber panas. Wadah yang digunakan memiliki sifat konduktor panas dari sumber energi ke bahan yang kurang baik. Karena pemanasan melibatkan wadah, baru kemudian bahan yang akan

dipanaskan, maka diperlukan waktu yang lama untuk mencapai reaksi sempurna (Hidayat dan Mulyono, 2006).



Gambar 4. Gambar Skema (a) Pemanasan dengan Gelombang Mikro
(b) Pemanasan Secara konvensional (Larhed *et al*, 2002)

Pada pemanasan dengan gelombang mikro, hanya pelarut dan partikel larutan saja yang dipanaskan sehingga terjadi pemanasan yang merata pada pelarut (Taylor *et al*, 2005). Pemanasan terjadi pada semua bagian bahan atau larutan reaksi, karena energi langsung diserap oleh bahan yang akan dipanaskan tanpa melibatkan wadah yang ada sehingga mempercepat tercapainya reaksi sempurna.

Percepatan reaksi kimia melalui pemanasan dengan gelombang mikro merupakan hasil interaksi antara gelombang dan bahan (Perreux dan Loupy, 2001). Efek termal dihasilkan dari polarisasi dipol sebagai akibat interaksi dipol-dipol antara molekul polar dan medan elektromagnetik. Gerakan medan elektromagnetik pada frekuensi tertentu menyebabkan molekul-molekul polar berusaha mengikuti orientasi medan tersebut dan menjajarkan dirinya searah dengan medan. Pergerakan partikel-partikel ini dibatasi oleh gaya pembatas (interaksi antarpartikel) yang menahan gerakan partikel dan membangkitkan gerakan acak sehingga menghasilkan panas (Taylor dan Atri, 2005). Pada frekuensi gelombang mikro (2,45 GHz), peristiwa penjajaran diri molekul dan proses sebaliknya mencapai $4,9 \times 10^9$ kali per detik dan menghasilkan pemanasan yang sangat cepat (Hidayat dan Mulyono, 2006). Secara teoritis, energi panas ini mempengaruhi laju reaksi. Semakin banyak energi radiasi yang diserap, semakin

besar energi panas yang diterima oleh bahan dan semakin tinggi suhunya, sehingga laju reaksi semakin cepat dan produk yang terbentuk semakin banyak.

5. X-Ray Diffractometer (XRD)

a. Identifikasi dan Kandungan Mineral

Metode yang digunakan untuk menganalisis zat padat berupa kristal secara kualitatif dan kuantitatif adalah XRD atau difraksi sinar X. Analisis secara kualitatif bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa utama dalam sampel, sedangkan analisis kuantitatif bertujuan untuk mengetahui persentase kandungan senyawa utama tersebut dalam sampel.

Dasar penggunaan sinar X adalah pemantulan sinar X oleh susunan sistematis atom-atom atau ion-ion dalam bidang kristal yang menghasilkan pola-pola difraktogram khas bila direkam. Pola ini digunakan sebagai sidik jari dalam identifikasi spesies mineral (Tan, 1982).

Pola difraksi dapat diperoleh apabila sinar X yang dipantulkan mengalami penguatan pada arah tertentu. Penguatan ini hanya terjadi apabila hukum Bragg dipenuhi. Hukum Bragg didefinisikan sbb:

$$n\lambda = 2d\sin \theta \quad (1)$$

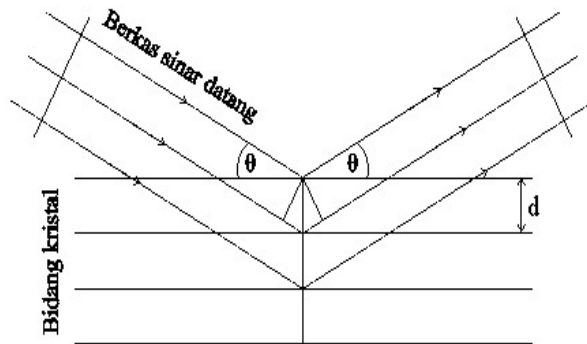
d = jarak antar bidang atom dalam kristal

n = tingkat difraksi

λ = panjang gelombang sinar X

θ = sudut difraksi

Gambar skematik dari berkas sinar X yang dipantulkan bidang kristal ditunjukkan oleh Gambar 5. Hukum Bragg mengasumsikan bahwa semua bidang-bidang dalam suatu kristal memantulkan sinar X bila kristal dimiringkan dengan sudut kemiringan (θ) tertentu terhadap sinar datang. Sudut tergantung pada panjang gelombang sinar X dan harga d (Tan, 1982).



Gambar 5. Skema Pemantulan Sinar X oleh Bidang Kristal

Penggunaan pola difraktogram untuk identifikasi memperhatikan kesesuaian harga d dan kadang-kadang juga intensitasnya. Referensi harga d dan intensitas suatu senyawa dapat diperoleh dari data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) yang bersumber dari *International Centre for Diffraction Data*. Hidrotalsit dengan anion antar lapisan berupa CO_3^{2-} dicirikan oleh harga d sekitar $7,80 \text{ \AA}$. Pencirian ini disebutkan pula dalam hasil penelitian yang dilakukan oleh Klopogge, Wharton, Hickey, dan Frost (2002).

Persentase kandungan senyawa dalam sampel diketahui dengan membandingkan intensitas puncak difraksi karena intensitas tersebut sebanding dengan fraksi senyawa dalam sampel (Willard *et al*, 1988). Persentase kandungan senyawa dalam sampel dihitung dengan rumus:

$$\% \text{ kandungan} = \left[\frac{(I/I_1)_s}{(I/I_1)_t} \right] \times 100\% \quad (2)$$

$(I/I_1)_s$: jumlah intensitas relatif puncak senyawa dalam sampel.

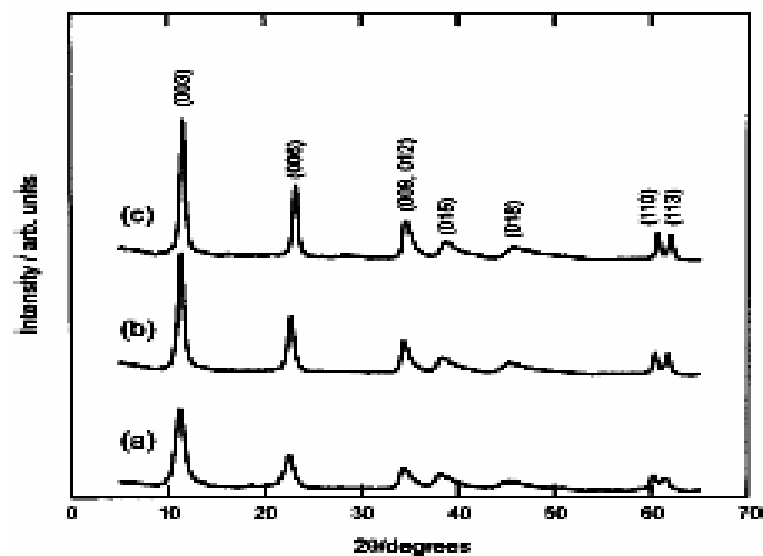
$(I/I_1)_t$: jumlah intensitas relatif total sampel.

b. Kristalinitas

Kristalinitas Material Mg/Al-hidrotalsit ditentukan atas dasar posisi (berhubungan dengan nilai sudut difraksi atau 2θ) dan intensitas garis. Sudut

difraksi ditentukan oleh jarak antara bidang kristal (d). Harga d dihitung dengan menggunakan hukum Bragg, berdasarkan nilai panjang gelombang yang diperoleh dari hasil pengukuran. Intensitas garis tergantung pada nomor dan jenis fraksi atom pusat yang terdapat pada masing-masing bidang kristal.

Penelitian Rhee dan Kang (2002) mendapatkan Mg/Al-hidrotalsit dengan rasio 4, 3, dan 2 dengan nilai d 7,90; 7,82; dan 7,65 Å. Nilai d menurun dengan meningkatnya kandungan Al. Difraktogramnya Mg/Al-hidrotalsit ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Difraktogram XRD Mg/Al-Hidrotalsit
(a) Rasio 2, (b) Rasio 3, (c) Rasio 4

Ukuran kristal Mg/Al-hidrotalsit dapat dihitung dari lebar garis puncak dalam difraktogram hasil XRD, dengan menggunakan persamaan Scherrer

$$D = 0,9 \lambda / B \cos \theta \quad (3)$$

D = ukuran kristal

λ = lambda radiasi

B = full width at half maximum (FWHM)

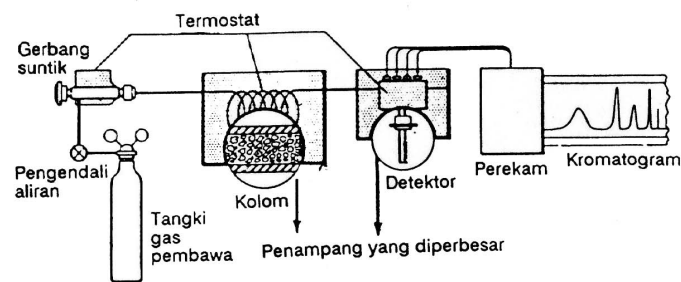
6. Kromatografi Gas

Kromatografi gas merupakan suatu cara untuk memisahkan senyawa atsiri dengan mengelusikan arus gas melalui fase diam. Instrument kromatografi gas

memungkinkan untuk memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran, dimana hal ini tidak mungkin dipisahkan dengan cara-cara lain. Karena sensitivitasnya yang tinggi maka hanya diperlukan sejumlah kecil cuplikan (mikroliter) (Sastrohamidjojo, 2004). Adapun bagian dasar peralatan kromatografi gas terdiri dari (Mc Nair dan Bonelli, 1988) :

1. tangki gas pembawa,
2. pengendali aliran dan pengatur tekanan,
3. gerbang suntik (lubang masuk cuplikan),
4. kolom,
5. detektor,
6. perekam,
7. termostat untuk gerbang suntik, kolom dan detektor.

Bagan sistem kromatografi gas secara umum disajikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Bagan Sistem Kromatografi Gas

Pada kromatografi gas, komponen yang akan dipisahkan dibawa oleh gas lembam (gas pembawa) melalui kolom. Campuran cuplikan terbagi diantara gas pembawa dan pelarut tak-atsiri (fase diam) yang terdapat pada zat padat dengan ukuran partikel tertentu (penyangga padat). Pelarut akan menahan komponen secara selektif berdasarkan koefisien distribusinya sehingga terbentuk sejumlah pita yang berlainan pada gas pembawa. Pita komponen ini meninggalkan kolom bersama aliran gas pembawa dan dicatat sebagai fungsi waktu oleh detektor (Mc Nair dan Bonelli, 1988).

Kromatografi gas mempunyai beberapa keuntungan diantaranya

- Proses pemisahan komponen relatif cepat, dalam hitungan menit.

- Resolusi tinggi sehingga dapat digunakan untuk memisahkan komponen-komponen dengan titik didih yang berdekatan; suatu hal yang tidak mungkin dilakukan dengan cara penyulingan atau cara lain
- Dapat digunakan dalam analisa kualitatif dan kuantitatif
- Kepekaan tinggi sehingga hanya membutuhkan sedikit cuplikan (mikroliter) untuk analisis.

(Mc Nair dan Bonelli, 1988).

B. Kerangka Pemikiran

Proses isomerisasi eugenol dapat berlangsung baik pada kondisi basa dan suhu yang tinggi. Hidrotalsit merupakan katalis basa sehingga dapat digunakan untuk mengkatalisis reaksi isomerisasi eugenol. Untuk mendapatkan tingkat konversi yang tinggi, isomerisasi eugenol umumnya menggunakan pelarut dengan kepolaran tinggi yang dilakukan secara konvensional pada suhu tinggi (150 -190 °C) selama 5-7 jam. Kondisi ini kurang efisien karena terjadi pemanasan berlebih yang berakibat terurainya bahan dan produk serta pemborosan energi dan waktu.

Gelombang mikro merupakan salah satu bentuk energi yang dapat digunakan untuk mempengaruhi suatu reaksi. Terdapat korelasi antara gelombang mikro terhadap temperatur yang dihasilkan sehingga gelombang mikro dapat digunakan untuk proses isomerisasi. Ada atau tidaknya pelarut akan mempengaruhi efektivitas reaksi isomerisasi dengan gelombang mikro. Radiasi gelombang mikro lebih mudah diserap oleh pelarut dengan kepolaran tinggi. Lamanya waktu kontak antara substrat dan katalis dengan pemanasan gelombang mikro akan mempengaruhi efektivitas reaksi isomerisasi.

C. Hipotesis

Hipotesis penelitian yang dapat diambil berdasarkan kerangka pemikiran yang ada adalah sebagai berikut:

1. Keefektifan reaksi isomerisasi eugenol dengan gelombang mikro dapat ditentukan dari pengaruh pelarut dan tanpa pelarut.
2. Semakin lama waktu reaksi produk yang dihasilkan semakin besar.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Penelitian dilakukan dengan menggunakan metode eksperimental di laboratorium. Penelitian meliputi dua tahapan. Tahapan pertama adalah sintesis Mg/Al-hidrotalsit yang dilakukan dengan metode pengendapan dan dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Tahapan kedua adalah reaksi isomerisasi eugenol menggunakan katalis Mg/Al-hidrotalsit yang dilakukan dengan radiasi gelombang mikro dan hasil isomerisasi diidentifikasi dengan kromatografi gas.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Januari 2009 sampai bulan September 2009 di Laboratorium Kimia Dasar FMIPA UNS, dan Sub Laboratorium Pusat Kimia UNS.

C. Alat dan Bahan yang Digunakan

1. Alat-alat

Alat-alat yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. Peralatan gelas Pyrex
- b. Neraca analitis Mettler Toledo AT 400
- c. pH meter
- d. Pengaduk magnetik Heidolph 35011
- e. Magnet stirer
- f. Penyaring vakum Labofort
- g. Lumpang dan penggerus porselin
- h. Cawan porselin
- i. Kompor listrik
- j. Termometer 200 °C
- k. *Microwave* Sanyo EM-S10555
- l. Oven Leybold Didactic Memmert GmbH

- m. *X-Ray Diffraction* (XRD) Shimadzu 6000
- n. Kromatografi gas Hewlett Packard 5890 Series II
- o. Statif dan klem

2. Bahan-bahan

- | | |
|--|------------------------------------|
| a. Akuades | (Sub Laboratorium Pusat Kimia UNS) |
| b. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | (Merck) |
| c. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | (Merck) |
| d. Na_2CO_3 | (Merck) |
| e. NaOH | (Merck) |
| f. AgNO_3 | (Merck) |
| g. Etanol | (Merck) |
| h. Isopropanol | (Merck) |
| i. <i>n</i> -Butanol | (Merck) |
| j. <i>n</i> -Pentanol | (Merck) |
| k. DMF | (Merck) |
| l. Eugenol murni | (INDESSO AROMA) |
| m. Isoeugenol murni | (INDESSO AROMA) |
| n. Kertas saring Whatman 42 | (Merck) |

D. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Larutan

- a. Larutan 200 mmol $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 50 mmol $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 200 mL.
Sebanyak 40,66 gram $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 12,07 gram $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam 200 mL akuades sambil diaduk.
- b. Larutan 400 mmol Na_2CO_3 sebanyak 400 mL.
Sebanyak 42,40 gram Na_2CO_3 dilarutkan ke dalam 400 mL akuades sambil diaduk.
- c. Larutan NaOH 1 M sebanyak 400 mL.
Sebanyak 16 gram NaOH dilarutkan ke dalam 400 mL akuades.
- d. Larutan AgNO_3 0,1 M

Sebanyak 0,17 gram AgNO_3 dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

2. Sintesis Katalis Mg/Al-Hidrotalsit

Sebanyak 200 mmol $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 50 mmol $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam 200 mL akuades sambil diaduk. Kemudian, larutan ini ditambahkan tetes per tetes dengan kecepatan 5 mL/menit ke dalam 400 mL Na_2CO_3 400 mmol. Selama penambahan, larutan diaduk dengan magnet stirer dan kondisi larutan dijaga pada pH 10 dengan penambahan NaOH 1M. Setelah penambahan selesai, suspensi yang dihasilkan diaduk pada suhu 60-63 °C selama 1 jam. Kemudian larutan didiamkan selama 18 jam tanpa pengadukan pada suhu yang sama.

Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai bebas dari ion Cl^- . Keberadaan ion Cl^- diketahui dengan menguji filtrat pencucian dengan AgNO_3 . Filtrat pencucian yang bebas ion Cl^- tidak menghasilkan endapan atau menjadi keruh apabila ditetesi dengan AgNO_3 .

Endapan yang bebas ion Cl^- disaring dengan penyaring vakum, lalu dioven pada suhu 80 °C selama 16 jam. Padatan yang terbentuk dianalisa menggunakan XRD.

3. Karakterisasi Mg/Al-Hidrotalsit

Metode yang digunakan untuk mengidentifikasi Mg/Al-hidrotalsit secara kualitatif dan kuantitatif adalah XRD. Difraktogram hasil sintesis dibandingkan dengan difraktogram referensi. Data 3 puncak dengan intensitas tertinggi dibandingkan dengan data puncak dari Mg/Al-hidrotalsit standar dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS).

4. Isomerisasi Eugenol Dengan Radiasi Gelombang Mikro

Sebanyak 4 gram eugenol dan 1 gram Mg/Al-hidrotalsit direaksikan ke dalam reaktor isomerisasi menggunakan radiasi gelombang mikro pada daya 500 Watt dengan variasi pelarut (etanol, isopropanol, *n*-butanol, *n*-pentanol dan DMF)

dan tanpa pelarut. Hasil terbaik yang diperoleh dilakukan variasi waktu isomerisasi yaitu 10 menit, 30 menit dan 50 menit.

5. Identifikasi Hasil Isomerisasi

Produk isomerisasi diidentifikasi dengan kromatografi gas. Analisa kuantitatif dilakukan untuk mengetahui prosentase produk isomerisasi yang terbentuk. Analisa kualitatif dapat dilakukan dengan membandingkan waktu retensi sampel dengan waktu retensi eugenol dan isoeugenol standar serta menggunakan metode *spiking*, yaitu menambahkan senyawa standar pada sampel untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada sampel.

E. Teknik Pengumpulan dan Analisa Data

Difraktogram hasil analisa dengan XRD dapat digunakan untuk analisa kualitatif dan kuantitatif katalis. Analisa kualitatif dapat diperoleh informasi senyawa utama dalam sampel dengan cara membandingkan harga d sampel dengan harga d Mg/Al-hidrotalsit standar dari JCPDS. Apabila harga d sampel sesuai dengan harga d pada Mg/Al-hidrotalsit standar, maka senyawa utama pada sampel adalah benar Mg/Al-hidrotalsit. Analisa kuantitatif dapat diperoleh informasi tentang prosentase kandungan senyawa utama dalam sampel dengan cara membandingkan intensitas relatif sampel dengan intensitas relatif Mg/Al-hidrotalsit standar dari JCPDS.

Hasil isomerisasi eugenol diidentifikasi menggunakan kromatografi gas. Analisa kualitatif dilakukan dengan membandingkan waktu retensi puncak-puncak senyawa yang dianalisa dengan waktu retensi eugenol dan isoeugenol standar. Metode *spiking* juga digunakan dalam analisa kualitatif. Puncak yang mengalami kenaikan intensitas pada kromatogram merupakan senyawa yang sama dengan senyawa yang ditambahkan dalam *spiking*. Luas puncak kromatogram digunakan untuk mengetahui prosentase produk isomerisasi yang terbentuk (analisa kuantitatif). Ada atau tidaknya pelarut dan lamanya waktu reaksi akan

mempengaruhi efektivitas reaksi isomerisasi dengan radiasi gelombang mikro. Keefektifan reaksi isomerisasi dapat diketahui dari luas puncak isoeugenol pada kromatogram.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Mg/Al-Hidrotalsit

Padatan Mg/Al-hidrotalsit disintesis berdasarkan metode pengendapan, yaitu dengan mereaksikan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan Na_2CO_3 dalam suasana basa. Anion antar lapisan CO_3^{2-} dipilih karena dapat terikat dengan segera dan kuat di dalam lapisan mirip *brucite* yang bermuatan positif sehingga sintesisnya tidak perlu menghindari kontaminasi anion lain yang lebih sulit dilakukan (Newman, 1998). Dipilihnya metode pengendapan dalam sintesis hidrotalsit selain karena mudah, semua kation mengendap secara simultan dalam rasio mol sesuai dengan rasio mol awalnya (Wright, 2002).

Rasio mol awal Mg/Al-hidrotalsit yang disintesis adalah 4:1. Hal ini ditentukan dengan menimbang $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam perbandingan mol awal 4:1. Rasio mol Mg/Al 4:1 dipilih karena pada rasio tersebut hidrotalsit mempunyai kristalinitas dan tingkat kebasaaan yang tinggi. Tingkat kebasaaan sebanding dengan Rasio mol Mg/Al, seperti halnya yang telah dilakukan Kishore dan Kannan (2002) bahwa katalis Mg/Al-hidrotalsit dengan rasio mol awal 4:1 memberikan konversi yang lebih baik pada isomerisasi eugenol dengan pemanasan secara konvensional dibandingkan dengan rasio 3:1 dan 2:1. Tingkat kebasaaan yang tinggi dari rasio 4:1 menjadikan Mg/Al hidrotalsit dengan rasio mol awal 4:1 sangat berpotensi sebagai katalis basa.

Selama proses sintesis, kondisi pH larutan dijaga pada pH sekitar 10 untuk mendapatkan hidrotalsit yang optimum. Apabila pH jauh lebih besar dari pH optimum, ion Al^{3+} akan terlarut sehingga tidak dapat membentuk endapan, sedangkan apabila pH kurang dari pH optimum akan terjadi pengendapan senyawa-senyawa selain hidrotalsit sehingga produk yang terbentuk tidak optimum. Endapan yang terbentuk dites dengan AgNO_3 untuk mengetahui ada tidaknya Cl^- . Apabila dalam larutan yang dites dengan AgNO_3 terbentuk endapan putih, maka larutan tersebut masih mengandung Cl^- karena terbentuk AgCl . Endapan kemudian dicuci dengan akuades sampai diperoleh endapan bebas Cl^- .

B. Karakterisasi Mg/Al-Hidrotalsit

1. Karakterisasi Fisik Hasil Sintesis

Senyawa hasil sintesis mempunyai karakteristik fisik dengan bentuk padatan kecil dan berwarna putih kecoklatan. Padatan hasil sintesis digerus hingga halus guna memperluas bidang permukaan sehingga diperoleh senyawa hasil sintesis yang berupa serbuk berwarna putih kecoklatan. Senyawa hasil sintesis yang telah digerus disajikan pada Gambar 8.

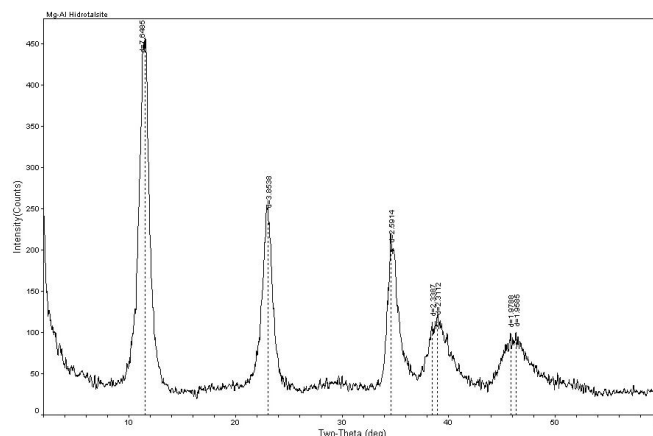


Gambar 8. Senyawa Hasil Sintesis

Senyawa hasil sintesis yang diperoleh dikarakterisasi lebih lanjut menggunakan XRD.

2. Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis

Senyawa hasil sintesis dianalisa menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD). Analisa ini bertujuan untuk mengidentifikasi bahwa senyawa utama hasil sintesis adalah Mg/Al-hidrotalsit (analisa kualitatif). Difraktogram senyawa hasil sintesis disajikan pada Gambar 9 Analisa XRD secara lengkap dari senyawa hasil sintesis dapat dilihat pada lampiran 4.



Gambar 9. Difraktogram Senyawa Hasil Sintesis

Identifikasi senyawa dilakukan dengan membandingkan harga d puncak-puncak difraktogram senyawa hasil sintesis dengan data d Mg/Al-hidrotalsit standar dari JCPDS (*Joint Comittee on Powder Diffraction Standard*) nomor 41-1428. Data Mg/Al-hidrotalsit standar dari JCPDS dapat dilihat pada Lampiran 5.

Tiga puncak tertinggi sampel sebagai penciri senyawa mempunyai harga d yang sesuai data Mg/Al-hidrotalsit standar yaitu pada harga $d = 7,84$; $3,91$; dan $2,61$ Å. Hidrotalsit alam yang diteliti oleh Allmann *et al* (1969) mempunyai harga d yaitu $7,69$; $3,88$; dan $2,58$ Å. Adanya kesesuaian harga d tiga puncak tertinggi hasil sintesis dengan standar mengindikasikan bahwa senyawa utama hasil sintesis adalah Mg/Al-hidrotalsit. Data harga d tiga puncak tertinggi senyawa hasil sintesis disajikan pada Tabel 1. Perbandingan harga d puncak-puncak dari senyawa hasil sintesis dengan data Mg/Al-hidrotalsit standar dari JCPDS secara keseluruhan disajikan pada Lampiran 6.

Tabel 1. Harga d Tiga Puncak Tertinggi Hasil Sintesis

Keterangan	Harga d (Å)		
Hasil sintesis	7,65	3,85	2,59
Hidrotalsit standar	7,84	3,91	2,61

Yang (2007) menyebutkan bahwa harga d $7,80$ Å merupakan puncak karakteristik hidrotalsit dengan anion antar lapis berupa CO_3^{2-} , sedangkan d $9,03$ Å merupakan anion antar lapis NO_3^- . Kesesuaian harga d hasil sintesis dengan

harga d untuk anion antar lapis CO_3^{2-} menunjukkan bahwa anion penyeimbang muatan pada Mg/Al-hidrotalsit sampel adalah CO_3^{2-} .

3. Penentuan Kandungan Mg/Al-Hidrotalsit

Penentuan kandungan relatif Mg/Al-hidrotalsit merupakan analisa kuantitatif dari XRD. Analisa ini dilakukan dengan membandingkan intensitas relatif (I/I_1) puncak-puncak difraktogram Mg/Al-hidrotalsit dengan intensitas relatif seluruh puncak yang ada dalam sampel (hasil sintesis). Perhitungan persentase kandungan relatif Mg/Al-hidrotalsit disajikan pada Lampiran 7. Hasil perhitungan persentase kandungan relatif Mg/Al-hidrotalsit dalam sampel disajikan pada Tabel 2.

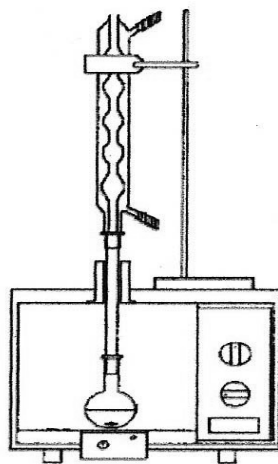
Tabel 2. Persentase Kandungan Relatif Mg/Al-Hidrotalsit dalam Sampel

Keterangan	Kandungan relatif Mg/Al-hidrotalsit
Sampel	97,42 %

C. Isomerisasi Eugenol

Isomerisasi eugenol merupakan reaksi perpindahan ikatan rangkap pada gugus alkenil pindah ke posisi yang terkonjugasi dengan ikatan rangkap pada cincin benzena. Isomerisasi eugenol menghasilkan produk isomernya yang berupa cis-isoeugenol dan trans-isoeugenol. Isomerisasi eugenol dapat berlangsung dengan baik dengan bantuan katalis dan panas.

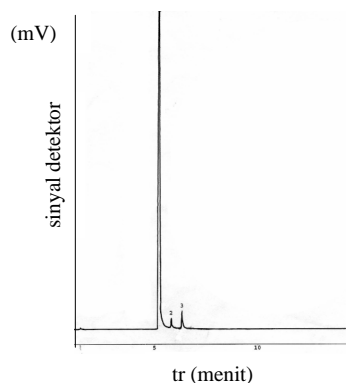
Proses isomerisasi pada penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan eugenol (substrat) dan Mg/Al-hidrotalsit (katalis) menggunakan radiasi gelombang mikro. Penggunaan radiasi gelombang mikro diharapkan dapat mempersingkat waktu reaksi karena gelombang mikro dapat langsung dan cepat diserap oleh komponen reaksi, bahkan gelombang mikro mampu memanaskan dengan selektif hanya pada satu komponen reaksi (Whittaker, 2004). Rangkaian peralatan yang dipergunakan untuk isomerisasi disajikan pada Gambar 10.



Gambar 10. Rangkaian Alat Isomerisasi

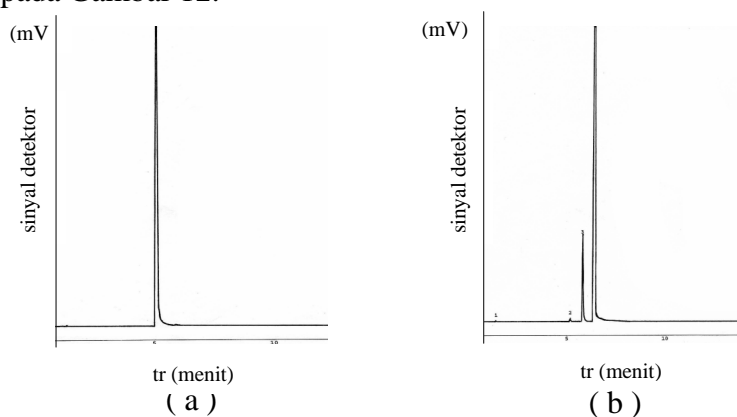
1. Isomerisasi Eugenol Tanpa Pelarut

Mg/Al-hidrotalsit merupakan katalis basa padat yang dapat digunakan dalam reaksi yang berkataliskan basa seperti, kondensasi aldol, isomerisasi ikatan rangkap pada alkena, dan dehidrogenasi 2-propanol (Kishore dan Kannan, 2004). Penggunaan Mg/Al-hidrotalsit dalam penelitian ini, selain Mg/Al-hidrotalsit mempunyai luas permukaan yang tinggi serta mampu diregenerasi juga ingin menambah informasi tentang aplikasi Mg/Al-hidrotalsit sebagai katalis. Proses isomerisasi dilakukan dengan mereaksikan eugenol dengan Mg/Al-hidrotalsit 4:1 (w/w) dalam pemanas *microwave* pada daya 500 Watt selama 10 menit. Hasil yang diperoleh dianalisa menggunakan kromatografi gas seperti yang terlihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Kromatogram Reaksi Isomerisasi Eugenol Tanpa Pelarut pada Daya 500 Watt Selama 10 Menit

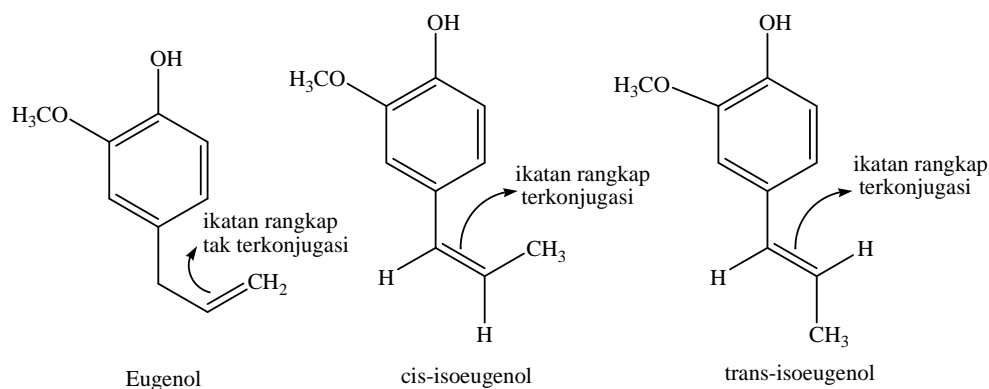
Kromatogram pada Gambar 11 menunjukkan bahwa isomerisasi eugenol dengan katalis Mg/Al-hidrotalsit mempunyai pola yang sama dengan kromatogram standar isoeugenol murni. Identifikasi menggunakan waktu relatif menunjukkan bahwa waktu relatif puncak nomor 2 (5,807 m) pada kromatogram Gambar 11 mempunyai nilai yang sama dengan puncak nomor 3 (5,803 m) pada kromatogram isoeugenol standar. Waktu relatif puncak nomor 3 (6,334 m) pada Gambar 11 hampir sama dengan waktu relatif puncak nomor 4 (6,450 m) pada kromatogram isoeugenol standar. Kesamaan waktu relatif antara kromatogram Gambar 11 dengan kromatogram isoeugenol standar dapat diperkirakan bahwa puncak nomor 2 dan 3 pada kromatogram Gambar 11 merupakan isoeugenol. Puncak 1 pada kromatogram Gambar 11 jika dibandingkan dengan puncak 2 pada kromatogram isoeugenol standar dan puncak dari eugenol standar mempunyai kesamaan harga waktu relatifnya, sehingga puncak 1 pada kromatogram Gambar 11 merupakan puncak dari eugenol. Kromatogram eugenol dan isoeugenol standar disajikan pada Gambar 12.



Gambar 12. Kromatogram Eugenol Standar (a) dan Isoeugenol Standar (b)

Berdasarkan prinsip pemisahan kromatografi gas yaitu pemisahan suatu senyawa berdasarkan partisinya di dalam fase diam dan fase gerak, dengan jenis kolom yang digunakan adalah HP 5 ((5 %-Phenyl)-methyl polysiloxan) yang bersifat non polar, maka senyawa yang lebih polar akan keluar lebih dulu pada kromatogram. Hal tersebut mengikuti prinsip *like dissolve like*, senyawa yang lebih polar akan keluar lebih dulu dan senyawa yang kurang polar akan lebih lama tertahan dalam kolom yang fase diamnya non polar. Kromatogram Gambar 11

memperlihatkan bahwa eugenol muncul lebih dulu diikuti dengan *cis*-isoeugenol kemudian *trans*-isoeugenol. Hal tersebut dikarenakan eugenol lebih polar dibandingkan isoeugenol.



Gambar 13. Struktur Eugenol, *Cis*-isoeugenol dan *Trans*-isoeugenol

Dilihat dari struktur eugenol dan isoeugenol pada Gambar 13, eugenol lebih polar daripada isoeugenol. Hal tersebut dijelaskan dengan adanya ikatan rangkap gugus propenil yang tidak terkonjugasi pada struktur eugenol. Ikatan rangkap yang tidak terkonjugasi mempunyai sistem elektron terlokalisasi, yaitu distribusi elektronnya terpusat pada dua inti saja (Fessenden dan Fessenden, 1982) sehingga ada pemusatan elektron yang menyebabkan eugenol bersifat lebih polar. Sedangkan isoeugenol, ikatan rangkap pada gugus propenilnya terkonjugasi dengan benzena sehingga memungkinkan terjadinya resonansi yang memiliki pita kestabilan tinggi. Adanya resonansi menyebabkan delokalisasi elektron dimana rapat elektron terdistribusi secara merata pada molekul, sehingga isoeugenol bersifat kurang polar dibandingkan eugenol.

Cis-isoeugenol bersifat lebih polar daripada *trans*-isoeugenol. Hal tersebut dapat ditinjau dari keberadaan gugus-gugus besar pada *cis*-isoeugenol yang terletak pada sisi yang sama sehingga rapat elektron pada sisi tersebut jauh lebih besar daripada sisi yang lainnya. Pemusatan elektron pada salah satu sisi saja menjadikan *cis*-isoeugenol bersifat lebih polar. *Trans*-isoeugenol memiliki gugus-gugus besar yang terletak pada sisi yang berseberangan sehingga rapat elektron merata pada kedua sisi tersebut, hal ini menyebabkan *trans*-isoeugenol bersifat kurang polar.

Selain berdasarkan kepolaran, pemisahan dengan kromatografi gas juga ditinjau dari titik didih. Titik didih eugenol (255 °C) lebih rendah jika dibandingkan dengan isoeugenol (266°C) sehingga untuk menguapkan isoeugenol dibutuhkan suhu yang lebih tinggi daripada eugenol. Untuk mencapai suhu yang lebih tinggi membutuhkan waktu yang lebih lama sehingga isoeugenol akan keluar lebih lama pada kromatogram. *Cis*-isoeugenol mempunyai titik didih 133 °C (pada tekanan 12 mmHg), sedangkan *trans*-isoeugenol mempunyai titik didih 140 °C pada tekanan yang sama (Windholz *et al*, 1968). Titik didih *cis*-isoeugenol lebih rendah daripada *trans*-isoeugenol sehingga *cis*-isoeugenol akan keluar lebih dulu pada kromatogram karena lebih cepat diuapkan.

2. Isomerisasi Eugenol dengan Variasi Pelarut

Pengaruh pelarut terhadap isomerisasi eugenol menggunakan gelombang mikro dikaji dalam penelitian ini. Isomerisasi eugenol dilakukan menggunakan variasi pelarut polar. Gelombang mikro mempunyai medan listrik dan medan magnet. Kemampuan suatu media dalam mengabsorpsi gelombang mikro dipengaruhi oleh polarisasi dielektrik/dipolar yang bergantung pada kemampuan dipol-dipol molekul polar berorientasi terhadap medan listrik dan medan magnet (Pelle *et al*, 2001). Pelarut yang lebih polar mempunyai konstanta dielektrik yang lebih besar sehingga lebih cepat mengabsorpsi radiasi gelombang mikro. Harga konstanta dielektrik dari variasi pelarut yang digunakan disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Harga Konstanta Dielektrik dan Titik Didih Pelarut

Pelarut	Konstanta dielektrik	Titik Didih (°C)
Etanol	24,5	78,5
Isopropanol	20,3	82,3
<i>n</i> -Butanol	17,5	117,7
<i>n</i> -Pentanol	13,9	136
Dimetilformamida (DMF)	36,7	153

Reaksi isomerisasi eugenol menggunakan variasi pelarut dilakukan dengan menambahkan 10 mL pelarut ke dalam campuran eugenol dan Mg/Al-hidrotalsit,

kemudian direaksikan dengan radiasi gelombang mikro selama 10 menit pada daya 500 Watt. Hasil sintesis dianalisa dengan GC seperti yang ditunjukkan kromatogram pada Lampiran 11 - 15.

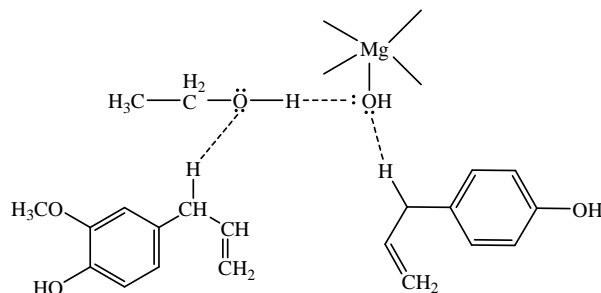
Kromatogram pada Lampiran 11 - 15 memperlihatkan bahwa isomerisasi eugenol menggunakan pelarut etanol, isopropanol, *n*-butanol dan *n*-pentanol tidak memberikan produk isomerisasi seperti yang diinginkan, lain halnya dengan DMF. Konversi produk isomerisasi eugenol menggunakan variasi pelarut disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Konversi Produk Isomerisasi Menggunakan Variasi Pelarut pada Daya 500 Watt Selama 10 Menit

Pelarut	Produk Isomerisasi (%)	
	<i>Cis</i> -isoeugenol	<i>Trans</i> -isoeugenol
Etanol	-	-
Isopropanol	-	-
<i>n</i> -Butanol	-	-
<i>n</i> -Pentanol	-	-
DMF	0,116	-

Isomerisasi eugenol dengan pelarut etanol, isopropanol, *n*-butanol dan *n*-pentanol tidak menghasilkan produk selain dikarenakan kepolaran pelarut alkohol yang lebih rendah dari DMF dimungkinkan karena terjadi kompetisi antara pelarut alkohol dan reaktan dalam berkoordinasi dengan situs aktif katalis. Terjadinya kompetisi dimungkinkan karena kemampuan pelarut alkohol dalam mensolvasi anion maupun kation dalam larutan. Katalis Mg/Al-hidrotalsit mempunyai anion OH⁻ pada permukaannya. Pelarut alkohol dapat mensolvasi anion OH⁻ hidrotalsit dengan membentuk ikatan hidrogen (H...OH). Gugus OH pada alkohol mempunyai dua pasang elektron yang tidak berpasangan sehingga memungkinkan terjadinya ikatan hidrogen dengan kation pada gugus propenil eugenol. Adanya kemampuan solvasi anion dan kation dari pelarut alkohol akan menghambat terjadinya interaksi antara reaktan dengan katalis karena untuk terjadinya reaksi,

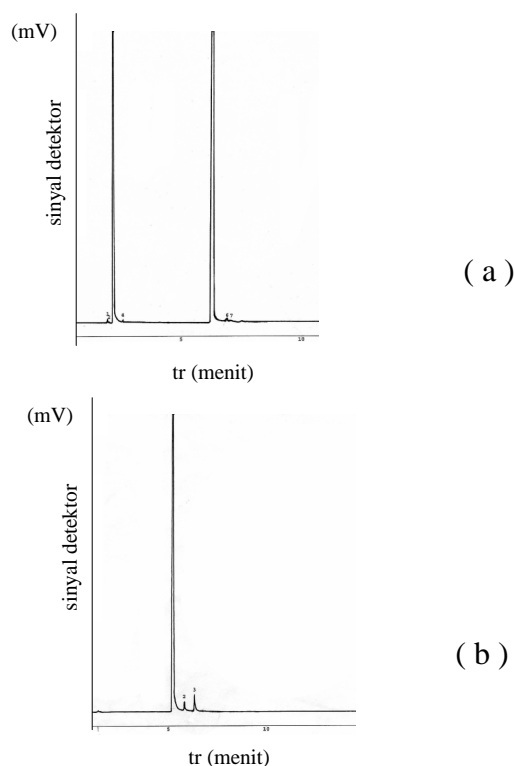
terlebih dulu reaktan dan katalis harus keluar dari solvasi pelarut. Kompetisi pelarut dan reaktan dalam berkoordinasi dengan situs aktif katalis ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Kompetisi Pelarut Alkohol dan Eugenol dalam Berkoordinasi dengan Situs Aktif Katalis

Munculnya produk isomerisasi pada pelarut DMF dimungkinkan karena kepolaran DMF paling besar diantara pelarut polar lainnya (konstanta dielektrik paling besar), sehingga absorpsi radiasi gelombang mikro cepat terjadi. Semakin polar senyawa, pergerakan partikel makin kuat untuk mencoba berorientasi sejajar dengan medan magnet dan medan listrik. Adanya gaya pembatas (interaksi antar partikel) yang menahan gerakan partikel akan membangkitkan gerakan acak (Taylor dan Atri, 2005) sehingga meningkatkan kecepatan tumbukan antar molekul. Semakin banyak tumbukan yang terjadi, konversi energi kinetik menjadi energi panas semakin besar sehingga panas yang dihasilkan semakin besar.

Reaksi isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro menggunakan pelarut DMF dan tanpa pelarut, pada kondisi reaksi yang sama menghasilkan produk isomerisasi walaupun relatif kecil. Kromatogram Gambar 15 memperlihatkan bahwa secara kuantitatif produk isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro tanpa pelarut lebih besar daripada menggunakan pelarut (DMF), sehingga dapat dikatakan isomerisasi eugenol tanpa pelarut pada penelitian ini lebih efisien. Perbandingan konversi produk isomerisasi dengan pelarut dan tanpa pelarut disajikan pada Tabel 5.



Gambar 15. Kromatogram Reaksi Isomerisasi Eugenol,
(a) dengan Pelarut DMF, (b) Tanpa Pelarut

Tabel 5. Konversi Produk Isomerisasi Menggunakan Pelarut dan Tanpa Pelarut pada Daya 500 Watt Selama 10 Menit

Kondisi Isomerisasi	Konversi Produk Isomerisasi (%)	
	<i>Cis</i> -isoeugenol	<i>Trans</i> -isoeugenol
Pelarut DMF	0,116	-
Tanpa pelarut	1,193	2,933

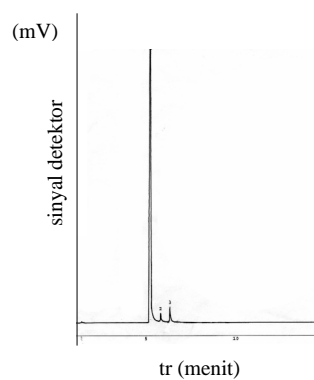
Tabel 5 menunjukkan konversi produk isomerisasi menggunakan pelarut lebih kecil dibandingkan tanpa pelarut. Hal tersebut dimungkinkan karena terjadinya kompetisi antara pelarut dan reaktan dalam berkoordinasi dengan situs aktif katalis (Sharma *et al*, 2005). Adanya efek spesifik dari gelombang mikro juga berpengaruh terhadap konversi produk isomerisasi. Efek spesifik gelombang mikro dirasionalisasikan dengan mengikuti persamaan Arrhenius [$k = A \exp(-\Delta G/RT)$] dan dihasilkan dari peningkatan faktor A dan penurunan energi bebas (ΔG). Peningkatan faktor A ditinjau dari efisiensi tumbukan yang dipengaruhi

oleh besarnya orientasi molekul polar dalam suatu reaksi dengan medan magnet gelombang mikro. Besarnya orientasi dengan medan gelombang mikro tergantung pada frekuensi vibrasi atom dalam reaksi. Penurunan energi bebas ditinjau dari peningkatan derajat entropi yang disebabkan interaksi dipol-dipol molekul polar dengan medan elektromagnet (Laurence dan André, 2001).

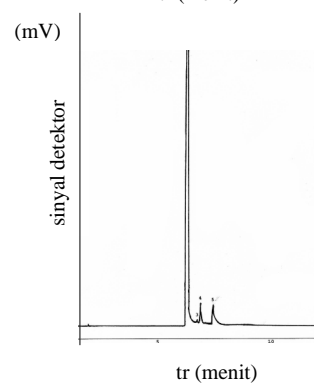
Penggunaan pelarut polar dalam suatu reaksi dengan radiasi gelombang mikro menyebabkan interaksi utama terjadi antara gelombang mikro dan molekul polar dari pelarut, sehingga transfer energi terjadi dari pelarut (dalam jumlah berlebih) ke campuran reaksi dan reaktan. Hal tersebut mengakibatkan adanya efek spesifik gelombang mikro pada reaktan yang terhalangi oleh absorpsi pelarut pada medan (Laurence dan André, 2001). Terhalangnya efek spesifik gelombang mikro pada reaktan oleh pelarut polar mengakibatkan kemampuan orientasi molekul polar dari reaktan terhadap medan dari gelombang mikro menjadi berkurang, sehingga absorpsi radiasi gelombang mikro oleh reaktan kurang optimal. Hal ini mempengaruhi efektivitas reaksi isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro. Laurence dan André (2001) mengemukakan bahwa penggunaan kondisi tanpa pelarut dalam reaksi menggunakan radiasi gelombang mikro lebih menguntungkan karena tidak adanya kemungkinan terhalangnya efek gelombang mikro oleh pelarut.

3. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Isomerisasi Eugenol

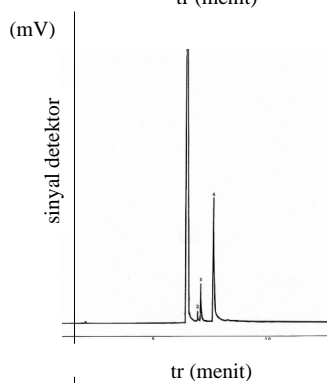
Pengaruh waktu reaksi dipelajari dengan melakukan variasi waktu reaksi terhadap isomerisasi eugenol tanpa menggunakan pelarut. Kondisi tanpa pelarut yang dilakukan pada penelitian sebelumnya terbukti lebih efektif terhadap isomerisasi eugenol menggunakan radiasi gelombang mikro. Waktu reaksi isomerisasi eugenol divariasi mulai dari 10, 30 dan 50 menit pada daya 500 Watt. Variasi waktu reaksi memberikan pola yang sama pada kromatogram seperti yang terlihat pada Gambar 16.



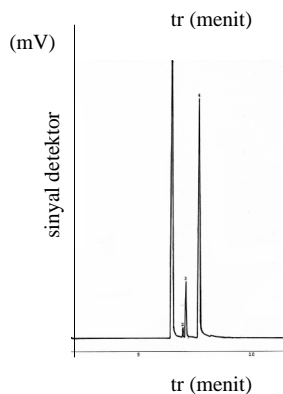
(a)



(b)



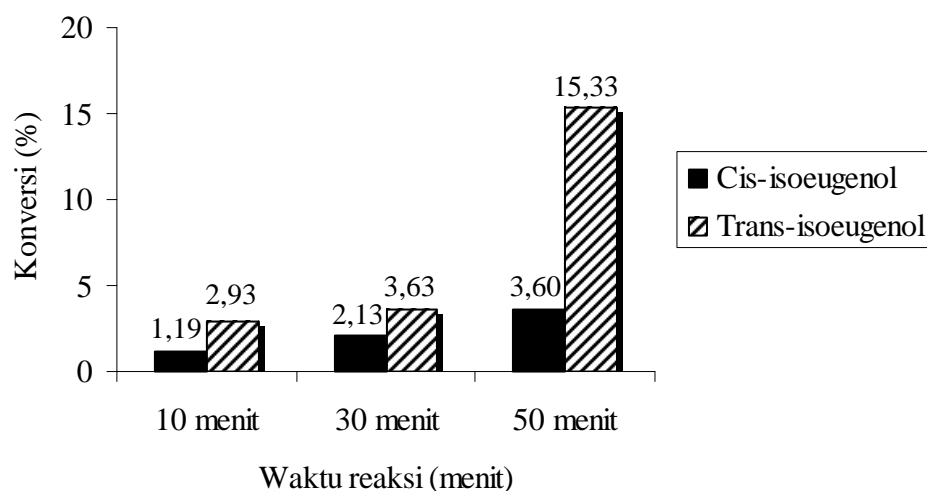
(c)



(d)

Gambar 16. Kromatogram Hasil Isomerisasi Eugenol Terhadap Variasi Waktu, (a) Isomerisasi Selama 10 Menit, (b) Isomerisasi Selama 30 Menit, (c) isomerisasi Selama 50 Menit, dan (d) Kromatogram Hasil *Spiking*

Identifikasi senyawa pada kromatogram menggunakan metode *spiking*, yaitu penambahan sejumlah larutan standar (isoeugenol murni) ke dalam sampel saat injeksi maka dapat diketahui puncak pada kromatogram yang merupakan puncak dari isoeugenol. Puncak yang mempunyai jenis senyawa yang sama dengan senyawa yang ditambahkan dalam *spiking* akan mengalami kenaikan intensitas. Kromatogram Gambar 16d memperlihatkan bahwa puncak nomor 3 dan 4 mengalami kenaikan intensitas sehingga diidentifikasi sebagai puncak dari isoeugenol, sedangkan puncak 1 yang mempunyai intensitas tinggi pada setiap kromatogram merupakan puncak dari eugenol.



Gambar 17. Konversi Isomerisasi Eugenol dengan Gelombang Mikro Terhadap Variasi Waktu pada Daya 500 Wattt

Konversi hasil isomerisasi terhadap variasi waktu disajikan pada Gambar 17. Isomerisasi eugenol pada waktu 10 menit dan 30 menit menghasilkan produk yang relatif sedikit karena kurangnya waktu kontak antara reaktan dengan katalis sehingga dimungkinkan reaksi kimia yang terjadi relatif sedikit. Produk tertinggi dihasilkan pada waktu reaksi 50 menit. *Trans*-isoeugenol dihasilkan sebanyak 15,33 % dan *cis*-isoeugenol sebanyak 3,60 %. Gambar 17 menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi produk yang dihasilkan semakin besar. Hal tersebut dikarenakan semakin lama waktu reaksi, interaksi reaktan dengan permukaan katalis dalam pengaruh radiasi gelombang mikro semakin besar menyebabkan

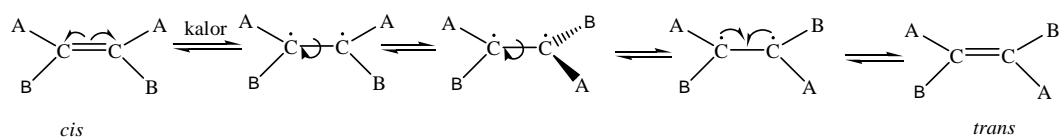
kemungkinan terjadinya reaksi kimia lebih besar sehingga produk yang dihasilkan lebih banyak. Selain itu besarnya produk isomerisasi yang diperoleh pada waktu 50 menit dapat pula ditinjau dari besarnya radiasi gelombang mikro yang dipancarkan. Semakin lama waktu reaksi radiasi gelombang mikro yang dipancarkan semakin besar sehingga radiasi yang diserap oleh komponen reaksi semakin besar. Adanya orientasi komponen reaksi terhadap medan elektromagnet yang besar akan menghasilkan konversi energi kinetik menjadi energi panas yang besar pula sehingga reaksi lebih cepat terjadi dan produk yang dihasilkan lebih banyak.

Dilihat dari Gambar 17, *trans*-isoeugenol yang dihasilkan lebih dominan daripada *cis*-isoeugenol. Hal tersebut dikarenakan *trans*-isoeugenol memiliki kestabilan keadaan transisi yang lebih besar daripada *cis*-isoeugenol. Reaksi dengan struktur keadaan transisi yang lebih stabil akan menghasilkan produk yang lebih banyak (Fessenden dan Fessenden, 1982). Kestabilan *trans*-isoeugenol dan *cis*-isoeugenol dipengaruhi oleh halangan sterik. *Trans*-isoeugenol mempunyai halangan sterik yang kecil dikarenakan posisi gugus-gugus besar berada pada sisi yang berseberangan sehingga tolakan antar gugus kecil, oleh karena itu energi sistemnya rendah. *Cis*-isoeugenol mempunyai halangan sterik yang lebih besar daripada *trans*-isoeugenol dikarenakan posisi gugus-gugus besar pada karbon ikatan rangkap gugus propenil terletak pada sisi yang sama sehingga tolakan antar gugus lebih besar dan energi sistemnya besar. Energi sistem yang besar mengakibatkan sifat kurang stabil pada *cis*-isoeugenol daripada *trans*-isoeugenol.

Jejak reaksi isomerisasi eugenol telah diteliti oleh Kadarohman dkk yang menyebutkan bahwa *cis*-isoeugenol dihasilkan dari isomerisasi eugenol dengan energi aktivasi sebesar 38,37 kkal/mol, sedangkan *trans*-isoeugenol dihasilkan dari interkonversi *cis*-isoeugenol yang secara struktural tidak stabil terhadap kenaikan suhu menjadi struktur senyawa yang lebih stabil terhadap suhu (http://edupreneur.upi.edu/media.php?module=abs&ki_id=68).

Semakin lama waktu reaksi, radiasi yang dipancarkan semakin besar sehingga panas yang terkonversi semakin besar. Karena ketidakstabilan struktur *cis*-isoeugenol (halangan sterik besar), maka pada suhu tertentu akan terjadi

interkonversi menjadi *trans*-isoeugenol yang lebih stabil secara termodinamik. Interkonversi dari bentuk *cis* menjadi bentuk *trans* dapat terjadi jika tersedia cukup energi untuk memutus ikatan π dan menyebabkan rotasi ikatan σ yang tersisa (Gambar 18). Ikatan π mempunyai energi ikat yang lebih kecil daripada ikatan σ sehingga pada temperatur tertentu, dengan besar energi diatas energi ikatan π , maka ikatan π akan terputus. Putusnya ikatan π menyebabkan ikatan σ yang tersisa dapat berotasi bebas yang memungkinkan molekul menata dirinya pada keadaan yang lebih stabil. Hal ini menyebabkan produk *trans*-isoeugenol lebih besar karena lebih stabil secara termodinamik daripada *cis*-isoeugenol.



Gambar 18. Interkonversi Bentuk *Cis* Menjadi *Trans* (Hart *et al*, 2003)

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

1. Isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro kurang efektif jika menggunakan pelarut dan lebih efektif tanpa pelarut.
2. Produk isomerisasi paling besar dihasilkan pada waktu 50 menit (daya 500 Watt) dengan *cis*-isoeugenol sebesar 3,60 % dan *trans*-isoeugenol sebesar 15,33 %.

B. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai variasi daya *microwave* terhadap isomerisasi eugenol tanpa pelarut untuk menghasilkan konversi yang lebih tinggi.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap pemurnian isoeugenol hasil reaksi isomerisasi eugenol dengan radiasi gelombang mikro.

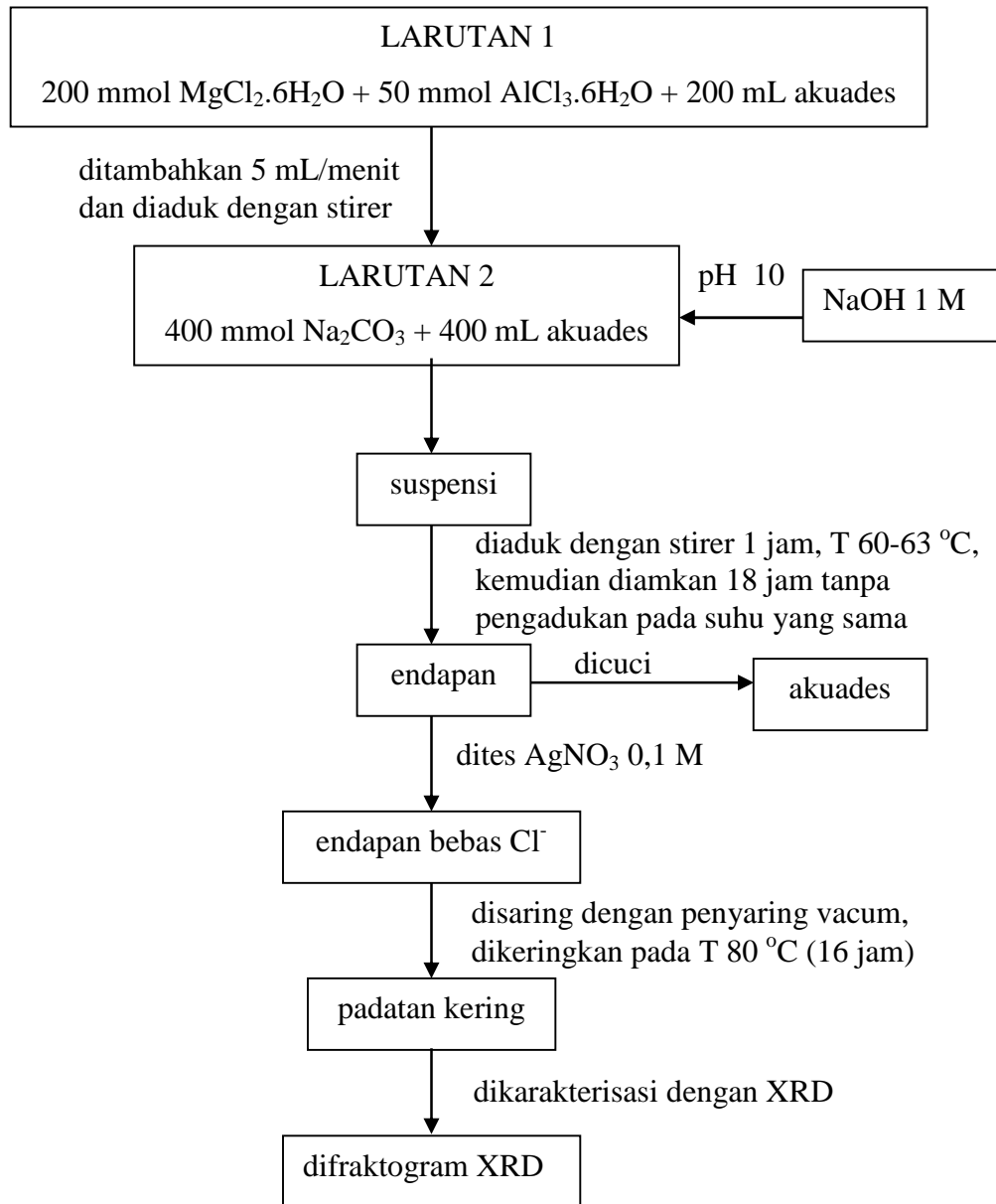
DAFTAR PUSTAKA

- Adamski, W., and M.. Kitliński, 2001, "On Measurements Applied in Scientific Researches of Microwave Heating Processes", *Meas. Sci. Rev.*, Vol. 1(1) 2001.
- Baby, C., 1997, "Microwave Isomerization of Safrol and Eugenol", *Synthetic Commun*, 27: 4335-4340.
- Busroni, 2000, "Sintesis 1-(3,4 Dimetoksi Fenil)-2-Propanon Turunan Eugenol Melalui Pembentukan Senyawa 1-(3,4 Dimetoksi Fenil)-2-Propanil Format pada Suhu 250-300 °C", *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 1, No.I: 35-46.
- Fessenden, R. J., and J. S. Fessenden, 1982, *Kimia Organik*, Jilid 1, Edisi Ketiga, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Hart, H., L. E. Craine, and D. J. Hart, 2003, *Kimia Organik: Suatu Kuliah Singkat*, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Hidayat, T., dan E. Mulyono, 2006, "Konversi Eugenol dari Minyak daun Cengkeh Menjadi Isoeugenol dengan Pemanasan Gelombang Mikro", *Prosiding Seminar Nasional Himpunan Kimia Indonesia*, 12 September 2006.
- Ilgen, O., L. Dincer, M. Yildiz, E. Alptekin, N. Boz, M. Canacki, and A. N. Akin, 2007, "Investigation of Biodiesel Production from Canola Oil using Mg-Al Hydrotalcite Catalysts", *Turk. J. Chem.*, 31 (2007), 509-514.
- Kadarohman, A., M. Muchalal, "Kinetika Reaksi Isomerisasi Eugenol", http://edupreneur.upi.edu/media.php?module=abs&ki_id=68, diakses 14 januari 2010.
- Kishore, D., and S. Kannan, 2002, "Isomerization of Eugenol and Safrole Over MgAl Hydrotalcite, a Solid Base Catalyst", *Green Chem.*, 4: 607-610.
- Kishore, D., and S. Kannan, 2004, "Double Bond Migration of Eugenol to Isoeugenol Over As-Synthesized Hydrotalcites and Their Modified Forms", *Appl. Catal. A-Gen.*, 270: 227-235.
- Kloprogge, J. T., D. Wharton, L. Hickey, and R. L. Frost, 2002, "Infra Red and Raman Study of Interlayer Anions CO_3^{2-} , NO_3^{2-} , SO_4^{2-} , and ClO_4^{2-} in Mg/Al-Hydrotalcite", *Am. Mineral.*, Vol. 87, p623-629.

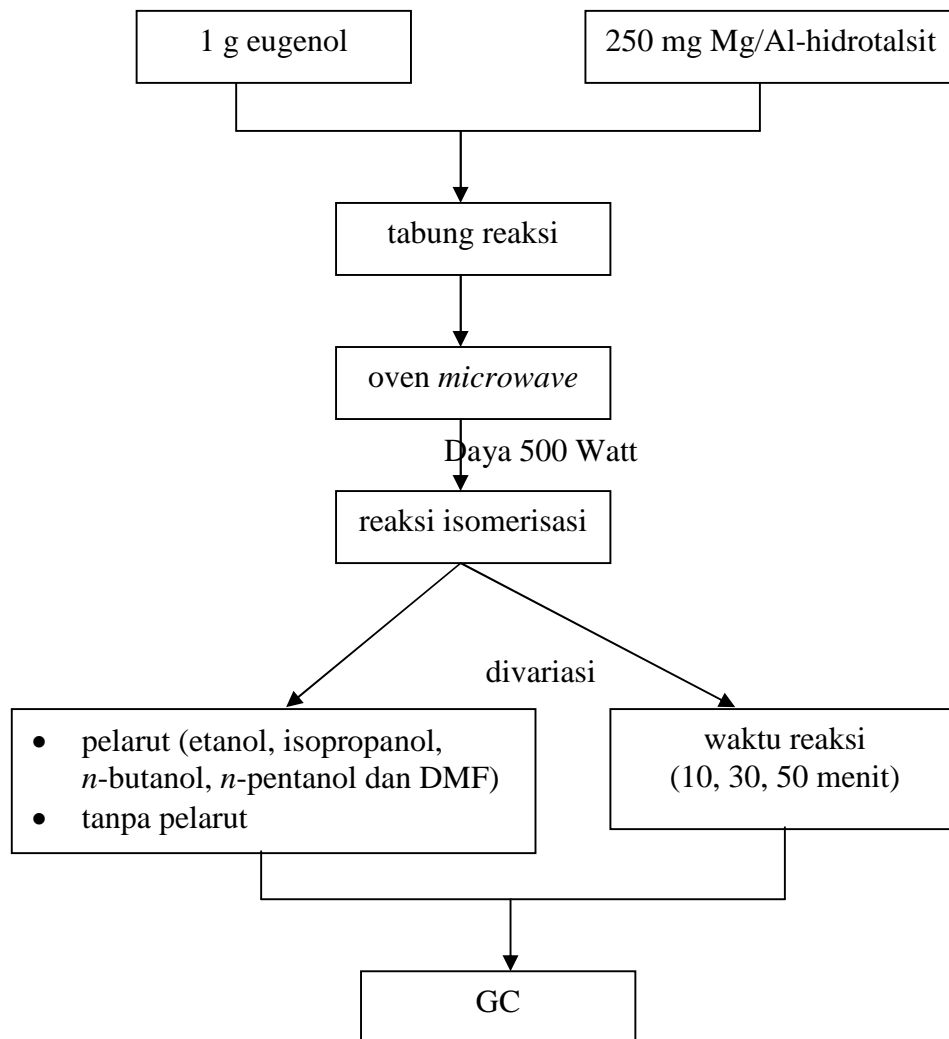
- Larhed, M., C. Moberg, and A. Hallberg, 2002, "Microwave-Accelerated Homogenous Catalysis in Organic Chemistry", *Accounts Chem. Res.*, Vol. 35, p717-727.
- Lidström, P., J. Tierney, B. Wathey, and J. Westman, 2001, "Microwave Assisted Organic Synthesis - a Review", *Tetrahedron*, 57 (2001) 9225-9283.
- Mc Nair, H. M., and E. J. Bonelli, 1988, *Dasar Kromatografi Gas*, Penerbit ITB, Bandung.
- Möhmel, S., I. Kurzawski, D. Uecker, D. Müller, and W. Gebner, 2002, "The Influence of a Hydrothermal Treatment Using Microwave Heating on the Crystallinity of Layered Double Hydroxides", *Cryst. Res. Technol.*, 37 (4): 359-369.
- Newman, S. P. and W. Jones, 1998, "Synthesis, Characterization and Application Layered Double Hydroxides Containing Organic Guest", *New J. Chem.*, p105-115.
- Perreux, L., and A. Loupy, 2001, "A Tentative Rationalization of Microwave Effects in Organic Synthesis According to The Reaction Medium, and Mechanistic Considerations", *Tetrahedron*, 57 (2001) 9199-9223.
- Rajamanthi, M., G. S. Thomas, and P. V. Kamath, 2001, "The Many Ways of Making Anionic Clays", *Chemical Science*, Vol. 13, p671-680.
- Rhee, S. W., and M. G. Kang, 2002, "Kinetics Dehydration Reaction During Thermal Treatment of MgAl-CO₃-LDH", *Korean J. Chem. Eng.*, p653-657.
- Sastrohamidjojo, H., 2004, *Kimia Minyak Atsiri*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Sharma, S. K., V. K. Srivastava, and R. V. Jasra, 2006, "Selective Double Bond Isomerization of Allyl Phenyl Ethers Catalyzed by Ruthenium Metal Complexes", *J. Mol. Catal. A-Chem.*, 245: 200-209.
- Sumangat, D., M. P. Laksmanahardja, Hernani, N. Nurjannah, dan Mamun, 2005, "Penelitian Pengolahan Isoeugenol dari Minyak Daun cengkeh", *Buletin Teknologi Pascapanen Pertanian* 1: 57-63.
- Tan, K. H., 1982, *Principles of Soil Chemistry* Marchel Decker Inc., New York, Alih Bahasa: *Dasar-dasar Kimia Tanah*, Diediek Hadjar Goenadi. 1991, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

- Taylor, M., and S. Atri, 2005, *Development in Microwave Chemistry*, Evalueserve, United Kingdom.
- Willard, Merritt, Dean, and Settle, 1988, *Instrumental Method of Analysis*, Sevent Edition, Wadsworth Pub. Co., California.
- Windholz, M., P.G. Secher, D.S. Leahy, D.M. Bolton, L.G. Eaton, 1968, *The Merck Index. An Encyclopedia of Chemicals and Drugs*, Eighth Edition, Merck and Co., Inc., New York.
- Wright, J., 2002, *Removal of Organic Colours from Raw Water Using Hydrotalcite*, University of Queensland, Brisbane.
- Yang, Z., K. Choi, N. Jiang, and S. Park, 2007, "Microwave Synthesis of Hydrotalcite by Urea Hydrolysis", *Bull. Korean Chem. Soc.*, Vol. 28, No. 11.

Lampiran 1. Diagram Alur Sintesis Mg/Al-Hidrotalsit



Lampiran 2. Diagram Alur Isomerisasi Eugenol

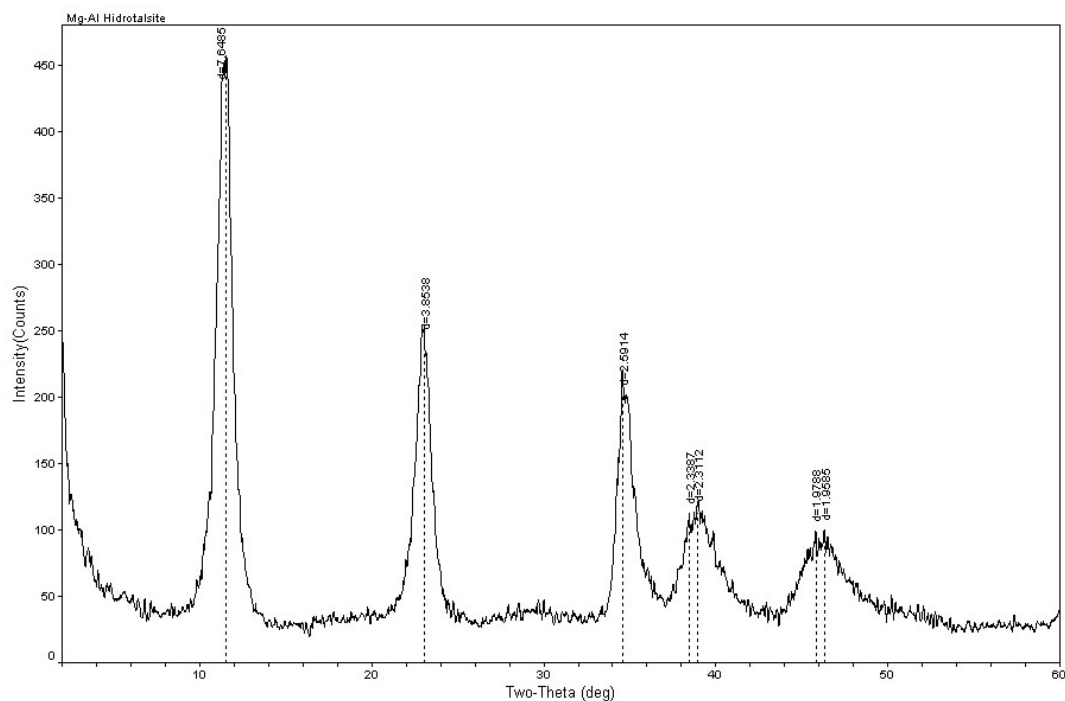


Lampiran 3. Perhitungan Stoikiometri dalam Sintesis Mg/Al-Hidrotalsit

Katalis yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah Mg/Al-hidrotalsit dengan perbandingan rasio mol Mg /Al, 4:1. Berikut perhitungan stoikiometri bahan-bahan yang dibutuhkan dalam sintesis Mg/Al-hidrotalsit :

1. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = mol x Mr
= $200 \cdot 10^{-3}$ mol x 203,3 g/mol
= 40,66 gram
2. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = mol x Mr
= $50 \cdot 10^{-3}$ mol x 241,46 g/mol
= 12,07 gram
3. Na_2CO_3 = mol x Mr
= $400 \cdot 10^{-3}$ mol x 105,99 g/mol
= 42,40 gram
4. NaOH 1 M = M x Mr x 400/1000
= 1 mol/L x 40 g/mol x 400/1000 L
= 16 gram
5. AgNO_3 0,1 M = M x Mr x 10/1000
= 0,1 mol/L x 170 g/mol x 10/1000 L
= 0,17 gram

Lampiran 4. Difraktogram XRD dari Mg/Al-Hidrotalsit



Peak Search Report (18 Peaks, Max P/N = 8.3)

[Mg-Al Hidrotalsite.raw] Mg-Al Hidrotalsite

PEAK: 47-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%,

BG=3/1.0, Peak-Top=Summit

2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
4.96	17.8014	49	7	2	14	0.1	0.1
10.04	8.8028	64	8	2.2	16	0.1	0.1
11.56	7.6485	100	357	100	16569	100	0.789
15	5.9013	25	3	0.8	6	0	0.1
20.02	4.4315	31	4	1.1	8	0	0.1
23.059	3.8538	65	178	49.9	8593	51.9	0.821
25.029	3.5548	31	8	2.2	106	0.6	0.212
30.018	2.9744	34	12	3.4	143	0.9	0.191
34.584	2.5914	38	163	45.7	9129	55.1	0.952
34.99	2.5623	67	110	30.8	6490	39.2	0.944
38.46	2.3387	75	36	10.1	1526	9.2	0.721
38.936	2.3112	76	37	10.4	2161	13	0.993
39.96	2.2543	79	9	2.5	18	0.1	0.1
45.02	2.012	68	8	2.2	16	0.1	0.1
45.818	1.9788	73	25	7	878	5.3	0.562
46.32	1.9585	74	25	7	848	5.1	0.543
50.02	1.822	35	5	1.4	10	0.1	0.1

55	1.6682	23	2	0.6	4	0	0.1
----	--------	----	---	-----	---	---	-----

Lampiran 5. Data Standar JCPDS Mg/Al-Hidrotalsit

PDF#41-1428: QM=Doubtful(O); d=Diffraction; I=Diffraction

Hydrotalcite

Mg₆ Al₂ (C O₃) (O H)₁₆ !4 H₂ O Light red

Radiation=CuKα1 Lambda=1.5406 Filter=

Calibration= 2θ=5.479-82.179 I/Ic(RIR)=

Ref: Jiang, S., Zhang, G., Liang, H., Huang, W.

Acta Mineral. Sinica, v1984 p296 (1984)

Rhombohedral - Powder Diffraction, R-3m (166) Z=3 mp=

CELL: 6.151 x 6.151 x 46.5 <90.0 x 90.0 x 120.0> P.S=hR56 (?)

Density(c)=1.975 Density(m)=2.040 Mwt=603.98 Vol=1523.61

F(20)=0.8(0.172,153/4)

Ref: Allmann, R., Jepsen, H.

Neues Jahrb. Mineral., Monatsh. p544 (1969)

Strong Lines: 7.84/X 3.91/8 16.1/6 2.61/3 1.86/2 2.02/1 1.58/1 4.34/1 2.52/1
2.20/1

NOTE: Specimen from Jianshibao asbestos mine, Sichuan, China.

Chemical analysis (wt.%): Al₂ O₃ 17.18, Cr₂ O₃ 0.68, MgO 39.57, C O₂ 7.22,
H₂ O+ 35.14, NiO 0.12: (Mg5.98 , Ni0.01)5.99 (Al2.04 , Cr0.05)2.09 (O H
)16 C O₃ !3.87 H₂ O.

To replace 00-014-0191 and 00-022-0700.

O assigned because four reflections are unindexed.

See ICSD 6296 (PDF 01-070-2151).

2-Theta	d(Å)	I(f)	(h k l)	Theta	1/(2d)	2pi/d	n ²
5.479	16.1160	55.0	(0 0 3)	2.740	0.0310	0.3899	
11.271	7.8440	100.0	(0 0 6)	5.636	0.0637	0.8010	
20.442	4.3410	10.0		10.221	0.1152	1.4474	
22.700	3.9140	80.0	(0 1 8)	11.350	0.1277	1.6053	
31.531	2.8350	5.0	(0 1 14)	15.766	0.1764	2.2163	
32.279	2.7710	5.0		16.140	0.1804	2.2675	

34.357	2.6080	30.0	(0 2 4)	17.179	0.1917	2.4092
35.655	2.5160	10.0		17.828	0.1987	2.4973
37.408	2.4020	3.0	(1 1 12)	18.704	0.2082	2.6158
37.933	2.3700	9.0		18.966	0.2110	2.6511
38.940	2.3110	9.0	(0 2 10)	19.470	0.2164	2.7188
41.010	2.1990	10.0	(0 0 21)	20.505	0.2274	2.8573
41.166	2.1910	9.0	(1 1 15)	20.583	0.2282	2.8677
44.762	2.0230	12.0	(2 1 1)	22.381	0.2472	3.1059
45.960	1.9730	9.0	(1 1 18)	22.980	0.2534	3.1846
46.358	1.9570	10.0	(0 2 16)	23.179	0.2555	3.2106
48.873	1.8620	15.0	(2 1 10)	24.436	0.2685	3.3744
55.150	1.6640	4.0	(0 2 22)	27.575	0.3005	3.7760
58.518	1.5760	12.0	(1 0 28)	29.259	0.3173	3.9868
60.024	1.5400	6.0	(3 0 15)	30.012	0.3247	4.0800
61.524	1.5060	7.0	(2 2 6)	30.762	0.3320	4.1721
72.414	1.3040	10.0	(4 0 7)	36.207	0.3834	4.8184
75.796	1.2540	5.0	(1 2 29)	37.898	0.3987	5.0105
82.179	1.1720	3.0	(2 3 11)	41.089	0.4266	5.3611

Lampiran 6. Perbandingan Harga d Sampel dengan JCPDS

Sampel	Standar			
d(Å)	I/I1	d(Å)	I/I1	selisih d
17.8014	2	-	-	-
8.8028	2.2	-	-	-
7.6485	100	7.844	100	-0.1955
5.9013	0.8	-	-	-
4.4315	1.1	4.341	10	0.0905
3.8538	49.9	3.914	80	-0.0602
3.5548	2.2	-	-	-
2.9744	3.4	2.835	5	0.1394
2.5914	45.7	2.608	30	-0.0166
2.5623	30.8	2.516	10	0.0463
2.3387	10.1	2.37	9	-0.0313
2.3112	10.4	2.311	9	0.0002
2.2543	2.5	2.199	10	0.0553
2.012	2.2	2.023	12	-0.011
1.9788	7	1.973	9	0.0058
1.9585	7	1.957	10	0.0015
1.822	1.4	1.862	15	-0.04
1.6682	0.6	1.664	4	0.0042

Lampiran 7. Perhitungan Prosentase Kandungan Relatif Mg/Al-Hidrotalsit dalam Sampel

Rumus:

$$\% \text{ kandungan} = \frac{(I/I_1)_s \times 100\%}{(I/I_1)_t}$$

$(I/I_1)_s$: jumlah intensitas relatif puncak hidrotalsit dalam sampel

$(I/I_1)_t$: jumlah intensitas relatif total sampel

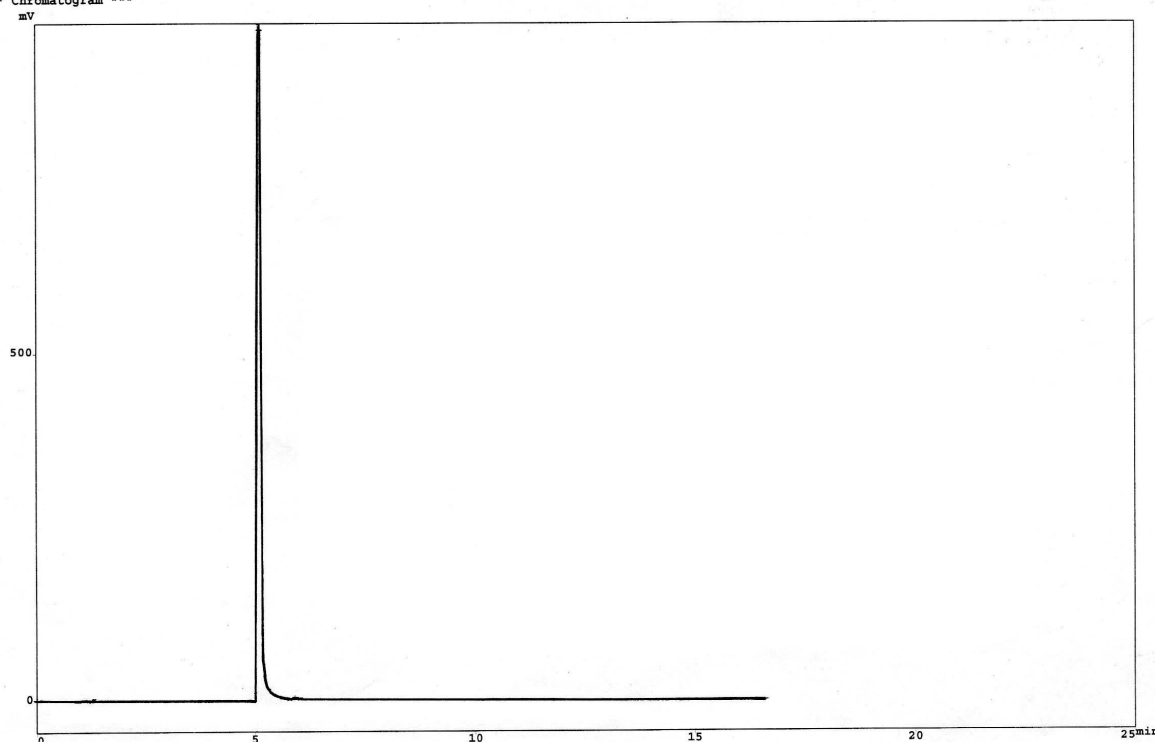
$$\begin{aligned}\% \text{ kandungan} &= \frac{272,7 \times 100 \%}{279,3} \\ &= 97,42 \%\end{aligned}$$

Kandungan relatif Mg/Al-hidrotalsit dalam sampel berdasarkan perhitungan adalah 97,42 %

Lampiran 8. Kromatogram Hasil Analisa GC Eugenol Standar

CLASS-CR10 DATA=IDAI.D01 00/00/00 03:49:50
 Sample : Ida Septiwi; Eugenol; 120-2-10-280; 0,06ul; f80HP5; FID
 ID : 30-6-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



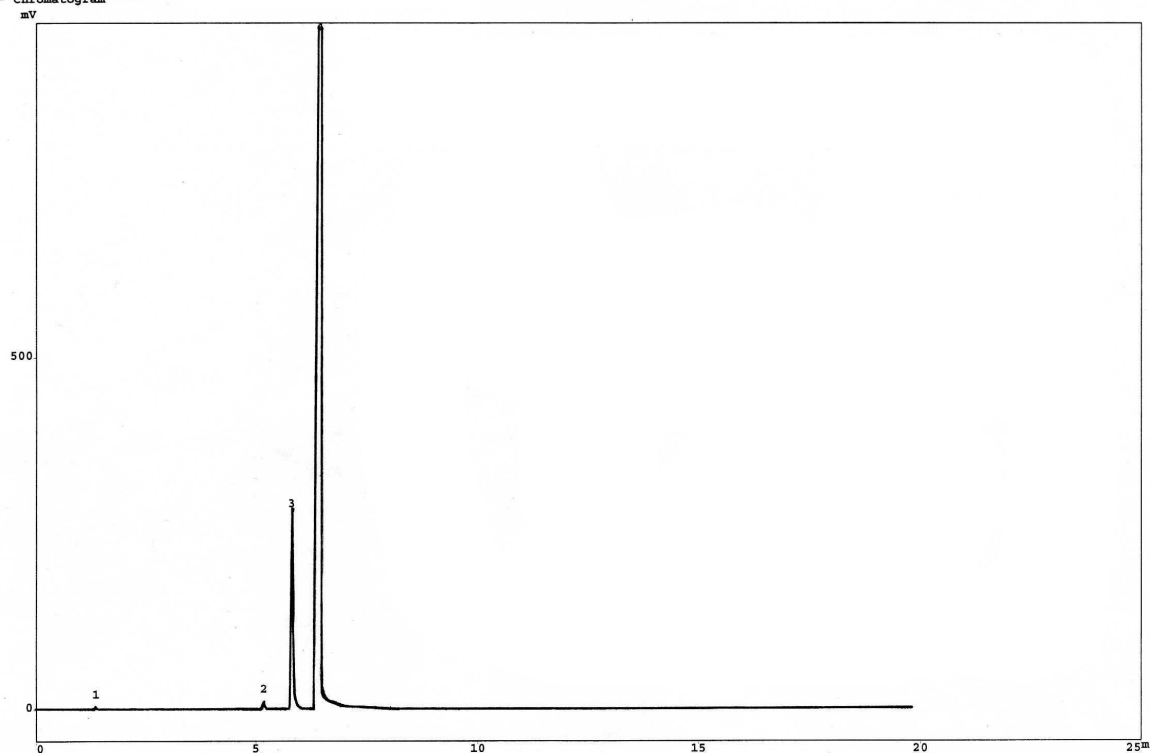
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	5.120	5622214	1080621	100.0000

		5622214	1080621	100.0000

Lampiran 9. Kromatogram Hasil Analisa GC Isoeugenol Standar

CLASS-CR10 DATA=IDA2.D01 00/00/00 04:09:42
 Sample : Ida Septiwi; Iso Eugenol; 120-2-10-280; 0,06ul; f80HP5; FID
 ID : 30-6-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



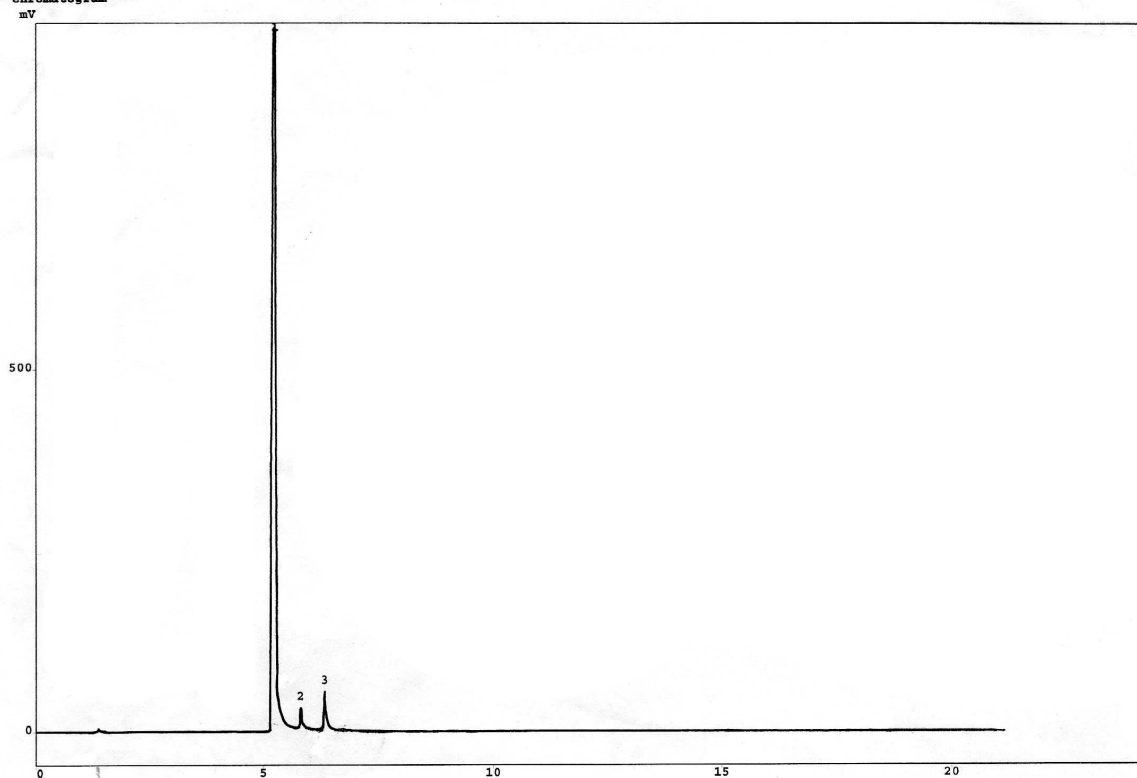
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.371	8037	5048	0.0993
2	5.179	31224	12065	0.3858
3	5.803	683115	283836	8.4407
4	6.450	7370756	1079710	91.0742
		8093132	1380659	100.0000

Lampiran 10. Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Mg/Al-Hidrotalsit Tanpa Pelarut Selama 10 Menit

CLASS-CR10 DATA=IDA3.D01 00/00/00 04:32:30
 Sample : Ida Septiwi, Iso-Mg/Al500w10m;120-2-10-280;0,06ul;#80HP5;FID
 ID : 30-6-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***

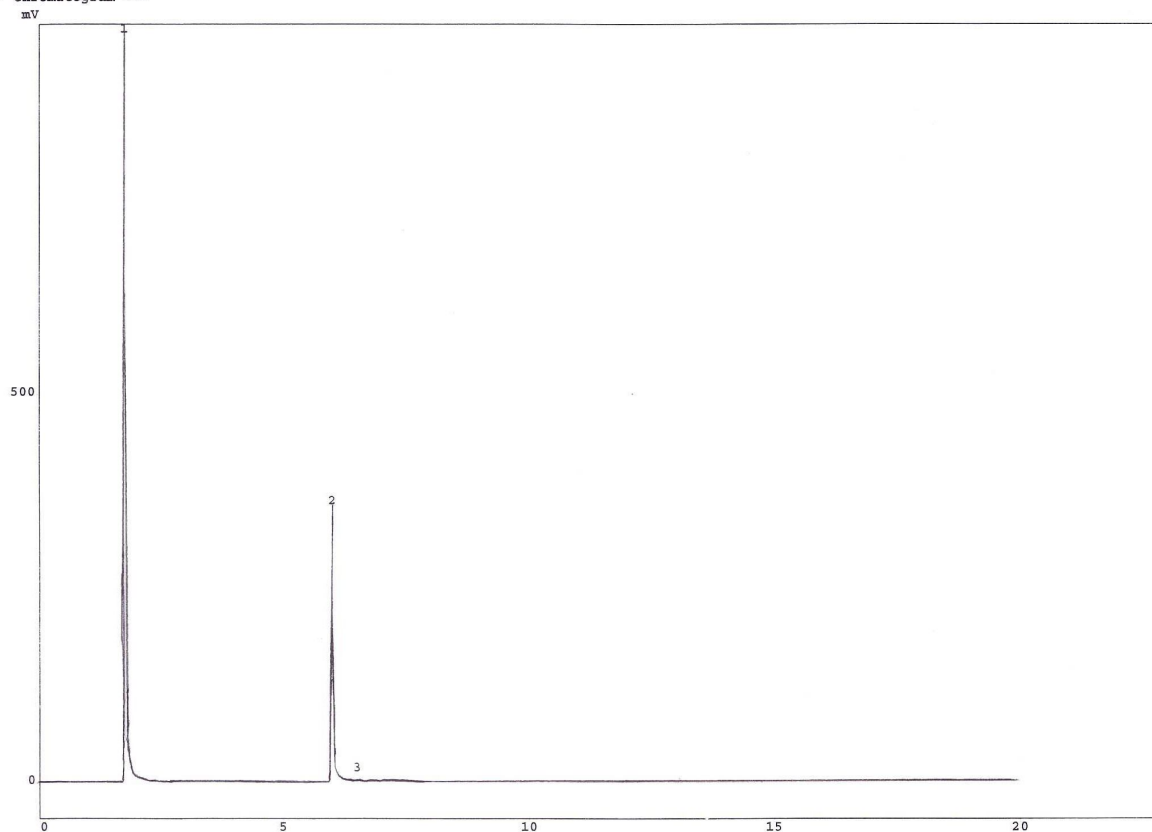


PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	5.255	5664721	1080821	95.8741
2	5.807	70481	28924	1.1929
3	6.334	173300	53027	2.9331
		5908502	1162771	100.0000

Lampiran 11. Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut Etanol

CLASS-CR10 DATA=WINDAET2.D01 00/00/00 07:19:40
 Sample : Winda;Etanol 500 - 10ml20-2-10-280;0,1ul;f80HP5;FID
 ID : 3-8-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



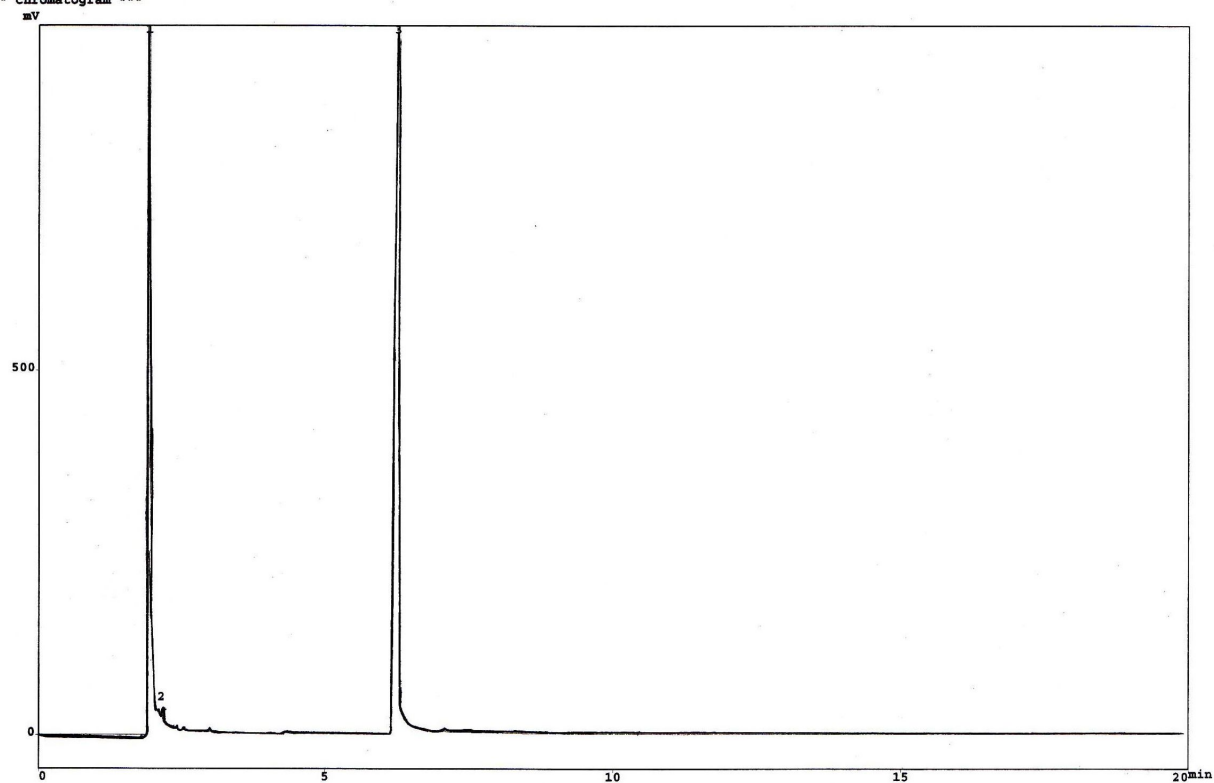
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.755	2904594	1082029	76.1088
2	5.997	909969	359529	23.8438
3	6.508	1810	919	0.0474
		3816372	1442476	100.0000

Lampiran 12. Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut Isopropanol

CLASS-CR10 DATA=ENIKS.D01 00/00/00 00:36:02
 Sample : Eni Kiswati;isopropanolw500 10m;120-2-10-280;1ul;f80 HP5;FID
 ID : 5-10-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



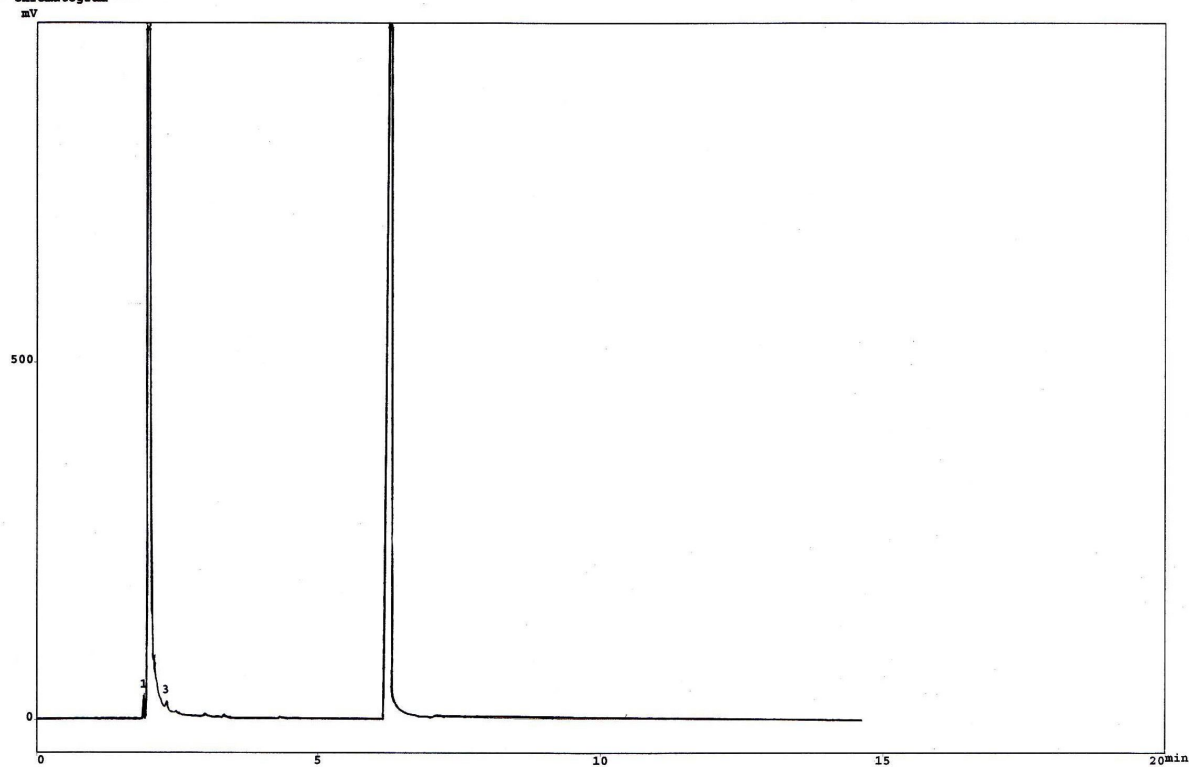
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.945	4257531	1071934	44.4875
2	2.160	13576	13470	0.1419
3	6.265	5299076	1069654	55.3707
		9570183	2155058	100.0000

Lampiran 13. Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut *n*-Butanol

LASS-CR10 DATA=ENIK4.D01 00/00/00 00:16:04
 sample : Eni Kiswati;isomg/butanolik 500W10m;120-2-10-280;1ul;f80 HP5;FID
 D : 5-10-2009
 perator : Maryati

** Chromatogram ***



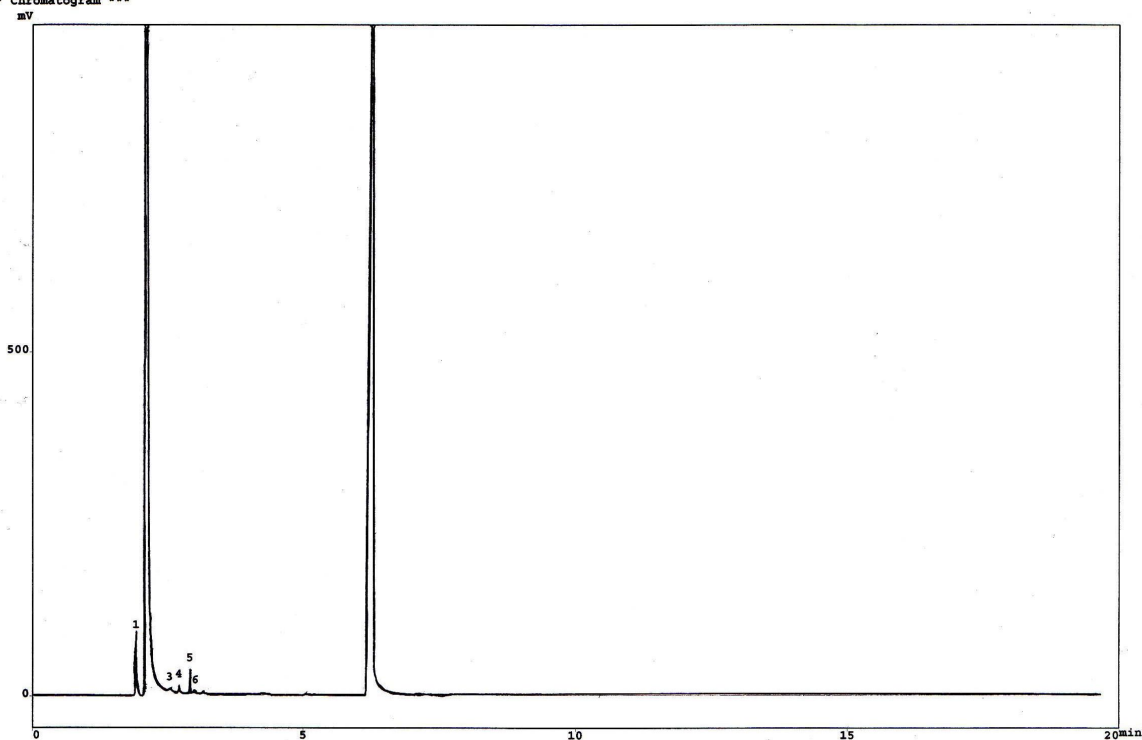
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.917	39191	35857	0.3558
2	2.005	4450584	1069561	40.4029
3	2.313	10631	9462	0.0965
4	6.290	6515114	1067746	59.1449
		11015519	2182625	100.0000

Lampiran 14. Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut *n*-Pentanol

CLASS-CR10 DATA=ENIK3.D01 00/00/00 06:13:54
 Sample : Eni Kiswati;1:smg/pentanol1500W 10m;120-2-10-280;1ul;f80 HPS;FID
 ID : 5-10-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



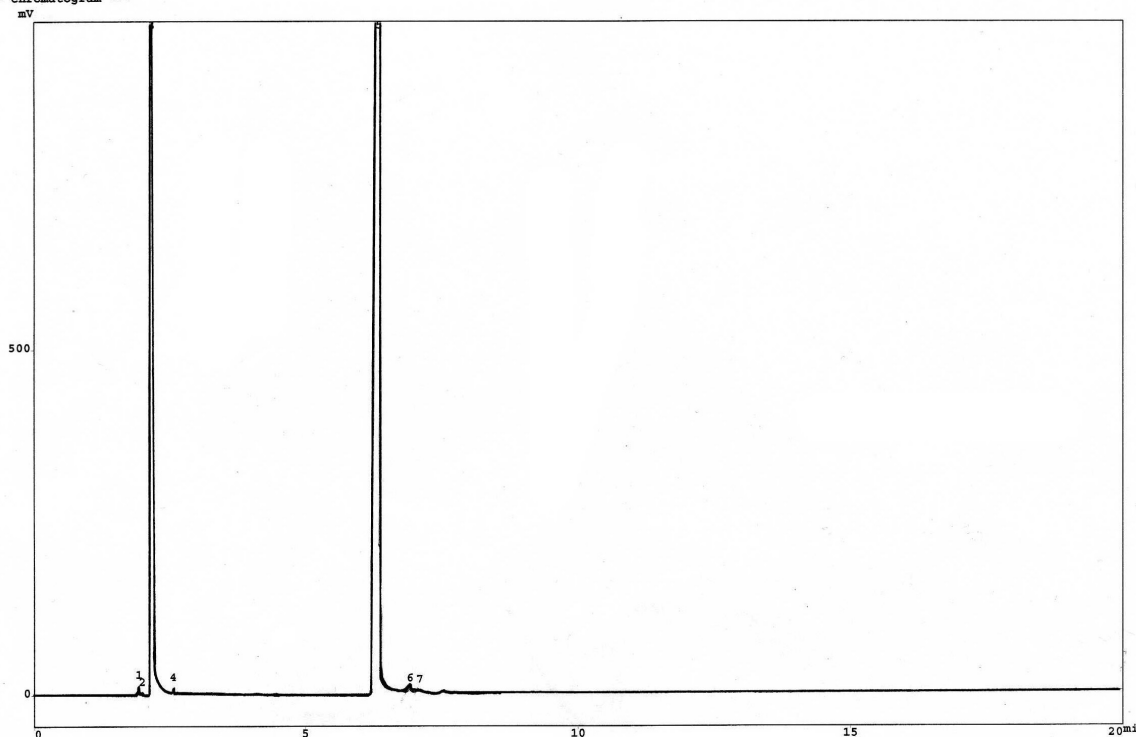
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.924	131409	94165	1.2140
2	2.120	4993434	1069925	46.1298
3	2.555	2694	2584	0.0249
4	2.722	15769	10446	0.1457
5	2.925	46766	34655	0.4320
6	3.025	5253	3120	0.0485
7	6.275	5629419	1067704	52.0051
		10824744	2282598	100.0000

Lampiran 15. Kromatogram Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut DMF

LASS-CR10 DATA=IDAA3.D01 00/00/00 04:33:48
 sample : Ida;DMF 10m Isoeugenol;120-2-10-280;0,5ul;f80HP5;FID
 D : 23-10-2009
 perator : Maryati

** Chromatogram ***



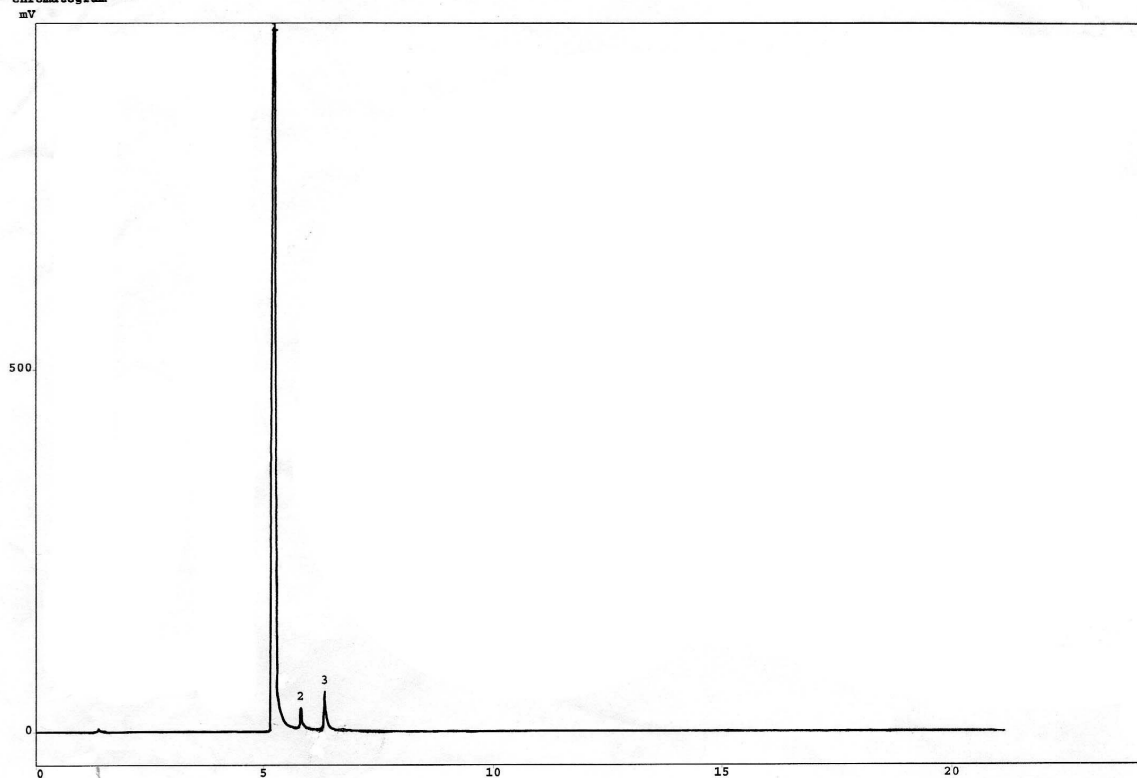
*** Peak Report

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.951	17989	13049	0.1476
2	2.010	3530	1776	0.0290
3	2.190	3429529	1048883	28.1318
4	2.577	7075	5347	0.0580
5	6.350	8712496	1047956	71.4671
6	6.917	14148	3530	0.1161
7	7.100	6156	2170	0.0505
		12190924	2122709	100.0000

Lampiran 16. Kromatogram Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 10 Menit

CLASS-CR10 DATA=IDA3.D01 00/00/00 04:32:30
 Sample : Ida Septiwi; Iso-Mg/Al500w10m;120-2-10-280;0,06ul;f80HP5;FID
 ID : 30-6-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***

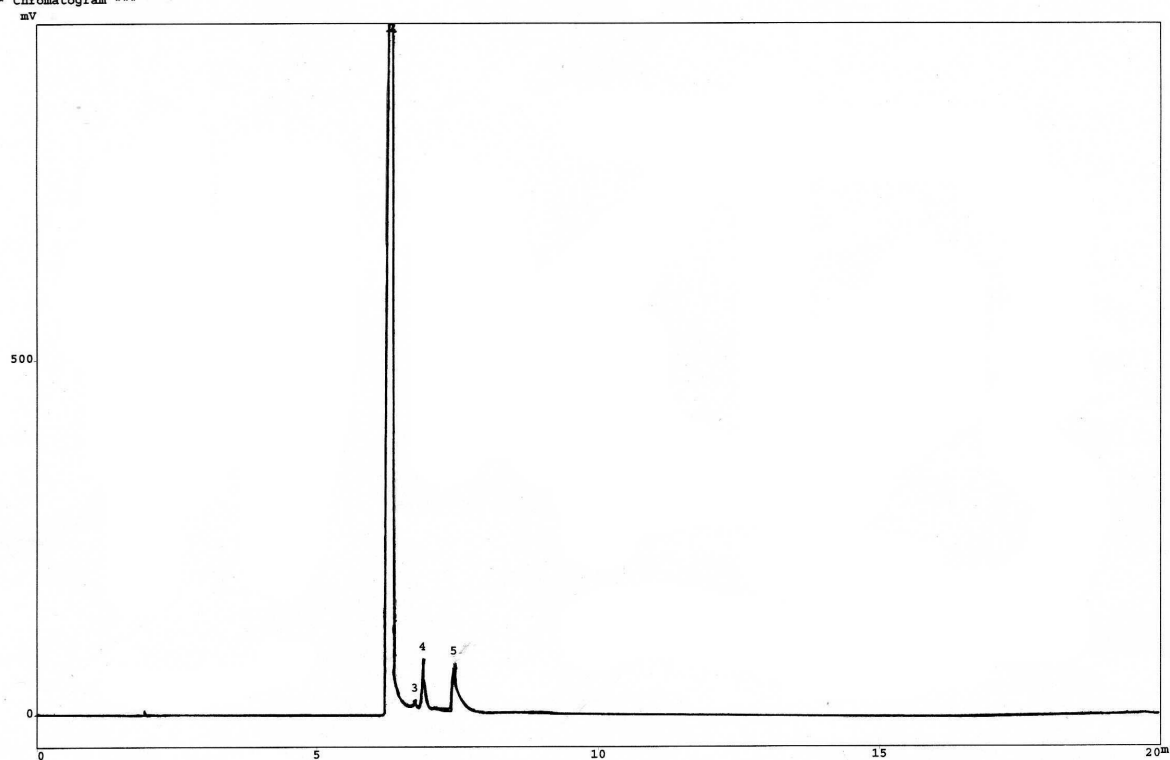


PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	5.255	5664721	1080821	95.8741
2	5.807	70481	28924	1.1929
3	6.334	173300	53027	2.9331
		5908502	1162771	100.0000

Lampiran 17. Kromatogram Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 30 Menit

CLASS-CR10 DATA=IDAA2.D01 00/00/00 03:45:12
 Sample : Ida;Mg/Al 500W 30m;Isceugenol;120-2-10-280;0,1ul;f80HPS;FID
 ID : 23-10-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



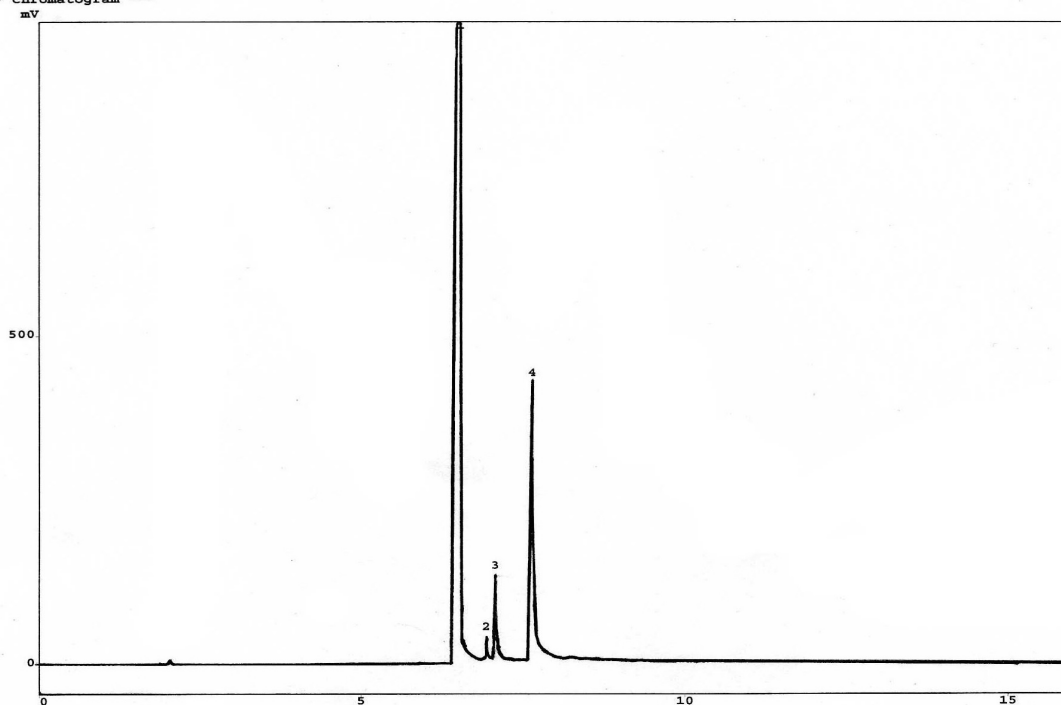
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.930	16678	7981	0.1736
2	6.355	9015424	1039508	93.8490
3	6.743	20834	9921	0.2169
4	6.874	204441	68859	2.1282
5	7.427	348934	66735	3.6323
		9606310	1193003	100.0000

Lampiran 18. Kromatogram Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 50 Menit

CLASS-CR10 DATA=IDAA7.D01 00/00/00 04:43:50
 Sample : Ida,Mg/Al HT 500W50m Isoeugenol;0,1ul;f80;FID;HP5
 ID : 4-11-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



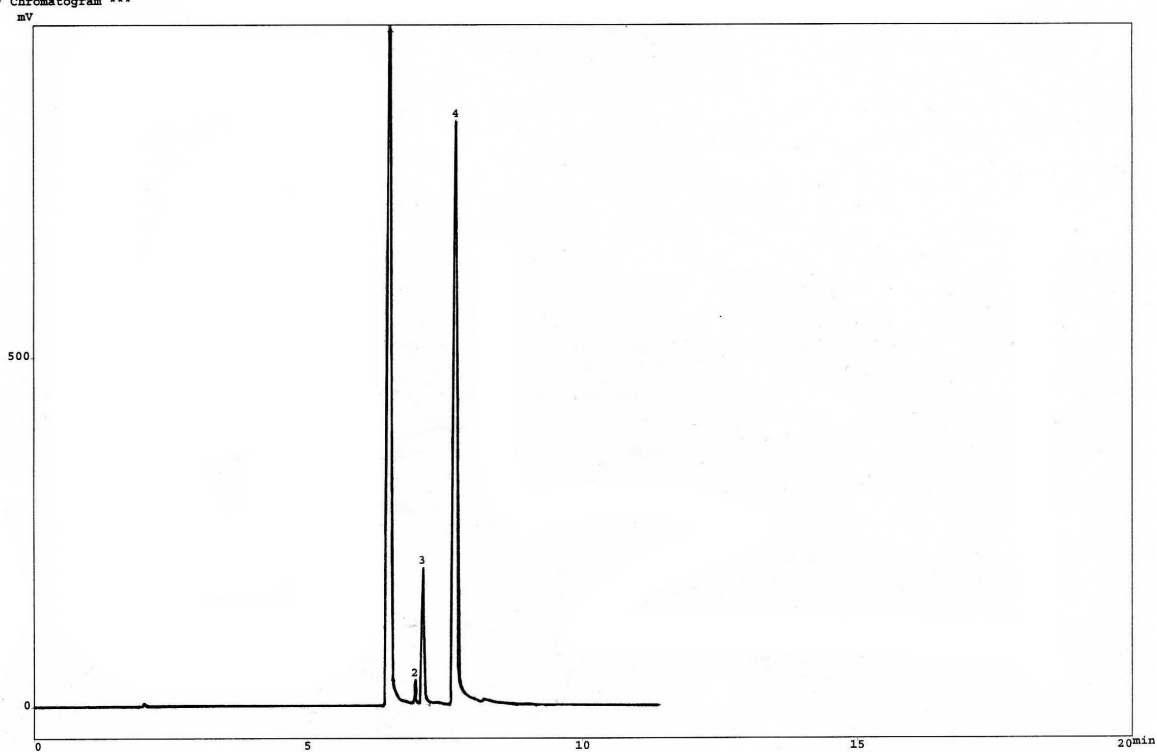
*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	6.525	7074348	1051176	80.2873
2	6.934	69327	33556	0.7868
3	7.072	316903	129365	3.5966
4	7.636	1350715	427988	15.3294
		8811293	1642085	100.0000

Lampiran 19. Kromatogram *Spiking* Hasil Sintesis Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 50 Menit

CLASS-CR10 DATA=IDAA7SP.D01 00/00/00 05:03:00
 Sample : Ida;Mg/Al HT 500W50m Isoeugenol;0.1ul;f80;FID;HP5
 ID : 4-11-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***

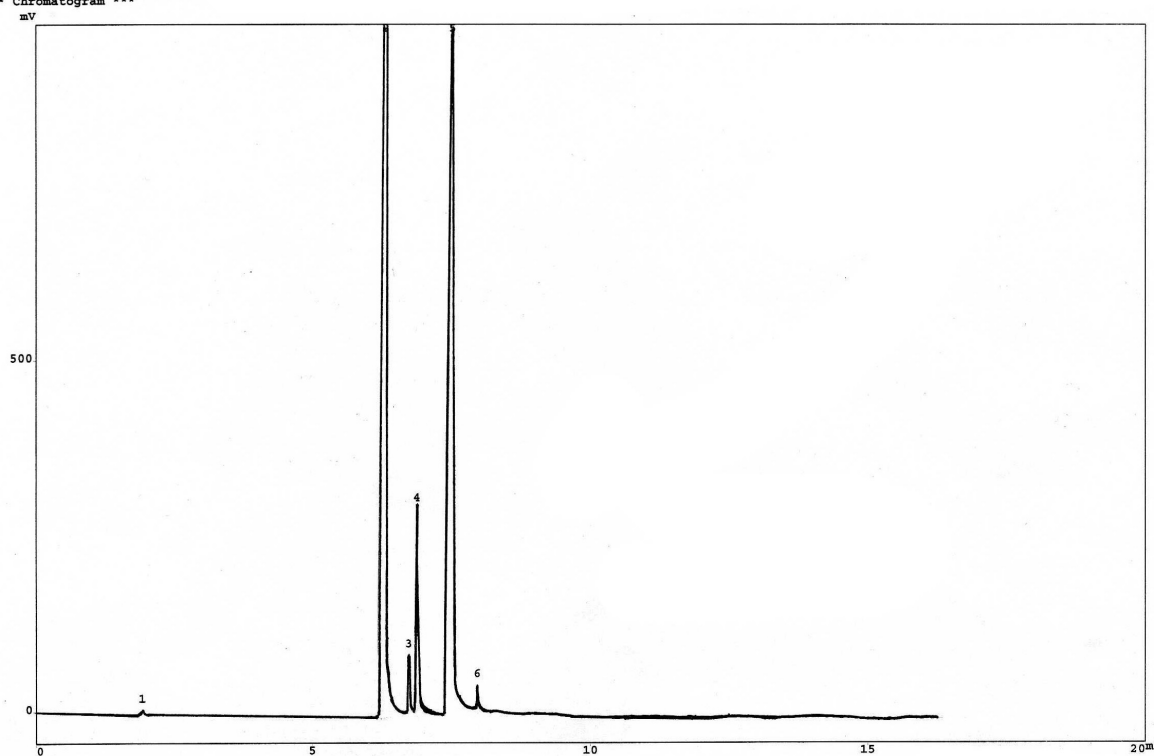


Peak Report				
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	6.515	6037591	1048575	60.4871
2	6.942	56385	27892	0.5649
3	7.081	460398	194379	4.6125
4	7.690	3427236	836016	34.3355
		9981609	2106863	100.0000

Lampiran 20. Kromatogram *Spiking* Hasil Sintesis Menggunakan Pelarut DMF

CLASS-CR10 DATA=ENI.D01 00/00/00 02:25:00
 Sample : Eni Kiswati;Sampel sp.isoeugenol;120-2-10-280;0,08ul;f80HP5;FID
 ID : 23-10-2009
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.935	15933	6457	0.1144
2	6.320	6567450	1021240	47.1693
3	6.736	201424	84423	1.4467
4	6.881	761636	298855	5.4703
5	7.520	6280535	1016607	45.1085
6	7.961	96182	33888	0.6908

 13923159 2461469 100.0000

**Lampiran 21. Kondisi Instrumentasi Kromatografi Gas Hewlett Packard
5890 Series II**

Jenis kolom	HP 5
Suhu kolom	
1. Suhu awal	120 °C
2. Waktu awal	2 menit
3. Kenaikan	10 °C / menit
4. Suhu akhir	280 °C
Jenis detektor	FID
Suhu detektor	300 °C
Suhu injektor	280 °C
Gas pembawa	Helium (He)
Total flow	80
Split (Kpa)	60
Jumlah injeksi	0,08 µL - 0,1 µL